

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta textilní



DIPLOMOVÁ PRÁCE

Liberec 2010

Jan Vácha

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta textilní

Studijní program: M3106 Textilní inženýrství

Studijní obor: 3106T004 Netkané textilie

Katedra netkaných textilií

Studium nanovláknenných struktur pomocí stereologických metod při změnách vstupních parametrů výroby

Studies nanofibres structures with stereological methods for changes of input parameters of production

Diplomová Práce

Autor:	Jan Vácha
Vedoucí DP práce:	Ing. Jiří Chaloupek, PhD.
Konzultant:	Ing. Jitka Färberová
Počet stran textu:	67
Počet obrázků:	32
Počet grafů:	14
Počet tabulek:	11
Počet příloh:	2

V Liberci 12. 12. 2010

Prohlášení

Prohlašuji, že předložená diplomová práce je původní a zpracoval jsem ji samostatně.

Prohlašuji, že citace použitých pramenů je úplná, že jsem v práci neporušil autorská práva (ve smyslu zákona č. 121/2000 Sb. O právu autorském a o právech souvisejících s právem autorským).

Souhlasím s umístěním diplomové práce v Univerzitní knihovně TUL.

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č.121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé diplomové práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědom toho, že užít své diplomové práce, či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do její skutečné výše).

V Liberci dne

.....

podpis

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat především vedoucímu diplomové práce Ing. Jiřímu Chaloupkovi PhD., a konzultantce Ing. Jitce Färberové za odborné vedení a trpělivost při zpracování této diplomové práce.

Dále bych chtěl poděkovat Filipu Sanetníkovi za pomoc při výrobě vzorků.

V neposlední řadě také děkuji své rodině za psychickou a finanční podporu po celou dobu studia.

Studium nanovláknenných struktur pomocí stereologických metod při změnách vstupních parametrů výroby

Anotace

Tato práce se zabývá elektrostatickým zvlákňováním polyuretanu při různých vstupních parametrech. V první teoretické části nás seznamuje s nanovláknennou vrstvou a jejím využitím. Výrobu vysvětluje pojem elektrostatické zvlákňování a parametry ovlivňující tento proces. Zaměřuje se také na stereologické hodnocení získaných vrstev obrazovou analýzou. V experimentální části bylo zkoumáno, jak ovlivňují vstupní parametry elektrostatické zvlákňování. Byl hodnocen průměr vláken nanovláknenné vrstvy pro různé relativní vlhkosti a vzdálenosti elektrod. Dále byla hodnocena anizotropie vláknenné struktury. V závěru byly porovnány zjištěné experimentální poznatky s teoretickou částí.

Anotation

This work deals with electrospinning of polyurethan for changes of input parameters of production. In first part of work it gives us information about nanofiber layer and use of it. Term of electrospinning and parameters affecting this process explain production. It also focuses on stereological evaluation of gained layers by image analyse. In the experimental part it was examined how input parameters affect electrospinning. Average of fibers was classified for changes of relative humidity and distance of electrodes. There was anisotropy evaluation of fiber structure. In the end the work compares realized experimental results with the theoretical part.

Klíčová slova-Key words:

elektrostatické zvlákňování- electrospinning

nanovlákná- nanofibers

sterologie- sterology

relativní vlhkost- relative humidity

polyuretan - polyurethan

Seznam použitých zkratk a symbolů

Symboly

a	šířka	[m]
l	délka, vzdálenost	[m]
l_o	průměrná délka volného úseku vláken	[-]
m	hmotnost	[kg]
t	čas	[s]
I	elektrický proud	[A]
K	součinitel využití pojiva	[-]
L_o	vzdálenost mezi začátkem a koncem vzorku	[-]
M_{pl}	plošná hmotnost	[g/m ²]
M_r	relativní molekulová hmotnost	[-]
RH	relativní vlhkost	[%]
S	plocha	[m ²]
T	termodynamická teplota	[Kelvin, °C]
U	elektrické napětí	[V]
V	objem	[m ³]
$V(K)$	objem tělesa K (trojrozměrný obsah tělesa K)	[m ³]

Zkratky

<i>jpg.</i>	joint photographic group
<i>obr.</i>	obrázek
<i>tab.</i>	Tabulka
<i>DMF</i>	dimetylformamid
<i>PUR</i>	polyuretan

Obsah

1	ÚVOD.....	12
2	TEORETICKÁ ČÁST	13
2.1	NANOVLÁKNA	13
2.1.1	Metody přípravy nanovláken	14
2.1.2	Použití nanovláken.....	14
2.1.2.1	Biomedikální aplikace	14
2.1.2.2	Filtrační aplikace	17
2.1.2.3	Kompozitní aplikace.....	18
2.1.2.4	Elektrické a optické aplikace.....	19
2.2	ELEKTROSTATICKÉ ZVLÁKŇOVÁNÍ.....	20
2.2.1	Parametry procesu elektrostatického zvlákňování.....	24
2.2.1.1	Vliv elektrického napětí	24
2.2.1.2	Termodynamická teplota a relativní vlhkost	25
2.2.1.3	Vzdálenost mezi elektrodami	25
2.3	STRUKTURNÍ CHARAKTERISTIKA TEXTILÍ	26
2.4	STEREOLOGIE TEXTILNÍCH MATERIÁLŮ	27
2.4.1	Řezy	28
2.4.2	Mřížky a testovací systémy.....	30
2.4.3	Popis anizotropie rovinných vlákenných systémů.....	31
2.5	POLYURETANY	32
2.5.1	Výroba polyuretanů	33
2.5.2	Vlastnosti Polyuretanů.....	33
2.6	POPIS ZAŘÍZENÍ, LABORATORNÍCH PŘÍSTROJŮ A SOFTWARE POUŽITÝCH V EXPERIMENTU.....	34
2.6.1	Rastrovací elektronový mikroskop	34
2.6.2	Obrazový analyzátor NIS- Elements AR 3.0.....	34
2.6.3	Přístroj pro měření teploty a relativní vlhkosti Omegaette HH311	35

2.6.4	Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z hrotu.....	35
2.6.5	Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z jehly	36
2.6.6	Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z válce - „Nanospider“	37
2.6.7	Klimatizační jednotka pro zvlákňovací zařízení.....	38
2.7	POPIS MATERIÁLŮ POUŽITÝCH V EXPERIMENTU.....	39
2.7.1	Polyuretan- Larithane	39
2.7.2	Rozpouštědlo	39
2.7.3	Nosná textilie	39
2.7.4	Černý papír	40
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	40
3.1	PŘÍPRAVA NANOVLÁKENNÝCH VRSTEV	40
3.1.1	Zvlákňování z hrotu	40
3.1.2	Zvlákňování z jehly	41
3.1.3	Zvlákňování z válce	42
3.2	MĚŘENÍ PRŮMĚRŮ VLÁKEN OBRAZOVOU ANALÝZOU	43
3.3	MĚŘENÍ ANIZOTROPIE VLÁKENNÝCH SYSTÉMŮ.....	43
3.4	ELEKTROSTATICKE ZVLÁKŇOVÁNÍ Z HROTU.....	44
3.4.1	Vliv relativní vlhkosti na průměry vláken	44
3.4.2	Zhodnocení vlivu relativní vlhkosti na průměry vláken zvlákněných z hrotu	46
3.5	ELEKTROSTATICKE ZVLÁKŇOVÁNÍ Z JEHLY	47
3.5.1	Vliv relativní vlhkosti na průměry vláken	47
3.5.2	Zhodnocení vlivu relativní vlhkosti na průměry vláken zvlákněných z jehly	49
3.6	ELEKTROSTATICKE ZVLÁKŇOVÁNÍ VÁLCE - „Nanospider“	49
3.6.1	Vliv relativní vlhkosti na průměry vláken	50
3.6.2	Zhodnocení vlivu relativní vlhkosti na průměry vláken zvlákněných z válce	52

3.7	VLIV VZDÁLENOSTI ELEKTROD NA PRŮMĚR VLÁKEN PŘI RUZNÝCH RELATIVNÍCH VHLKOSTECH.....	52
3.7.1	Zhodnocení vlivu vzdálenosti elektrod na průměr vláken při různých vlhkostech	60
3.8	ZJIŠŤOVÁNÍ ANIZOTROPIE NANOVLÁKENNÝCH ÚTVARŮ	60
3.8.1	Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod	60
3.8.2	Zhodnocení vlivu relativní vlhkosti na změnu anizotropie nanovláknenné struktury při různé vzdálenosti elektrod	64
3.9	DEFEKTY VE VLÁKENNÉ VRSTVĚ.....	64
4	ZÁVĚR	66

1 ÚVOD

Nanotechnologie je pojem, který je celkem nový a objevuje se teprve v posledních desetiletích. Nanotechnologii nastínil v prosinci roku 1959 na zasedání Americké fyzikální společnosti na Kalifornské technologické univerzitě Richard P. Feynman, který poukázal na oblast nanosvěta. Nanotechnologie se zabývá výzkumem a vývojem, který využívá struktury materiálů v měřítku několika nanometrů alespoň v jednom rozměru (0,1-500 nm).

V textilním průmyslu jde hlavně o přípravu vláken velmi malých průměrů z polymerního roztoku nebo taveniny. Nanovlákná můžeme vyrobit několika způsoby, zatím se pouze elektrostatické zvlákňování jeví jako jediný možný způsob masové výroby. Velmi jemná vlákna s průměry vláken řádově v nanometrech se vyznačují výjimečnými vlastnostmi, zvláště vysokým měrným povrchem, což je poměr povrchu vláken k jejímu objemu, velkou pórovitostí vlákenné vrstvy s malým rozměrem pórů. Tyto vlastnosti předurčují k mnoha použitím v medicíně, automobilovém průmyslu, nanokompozitech, filtračních systémech a dokonce k ochraně životního prostředí.

Nanovlákná se vyrábějí hlavně elektrostatickým zvlákňováním z roztoku polymeru, jak již bylo napsáno výše. Na tento proces má vliv několik faktorů, první jsou to materiálové podmínky, jako typ polymeru, rozpouštědlo a koncentrace, elektrická vodivost, viskozita či povrchové napětí. Dále pak procesní podmínky jako použité napětí, vzdálenost elektrody od kolektoru, teplota a vlhkost.

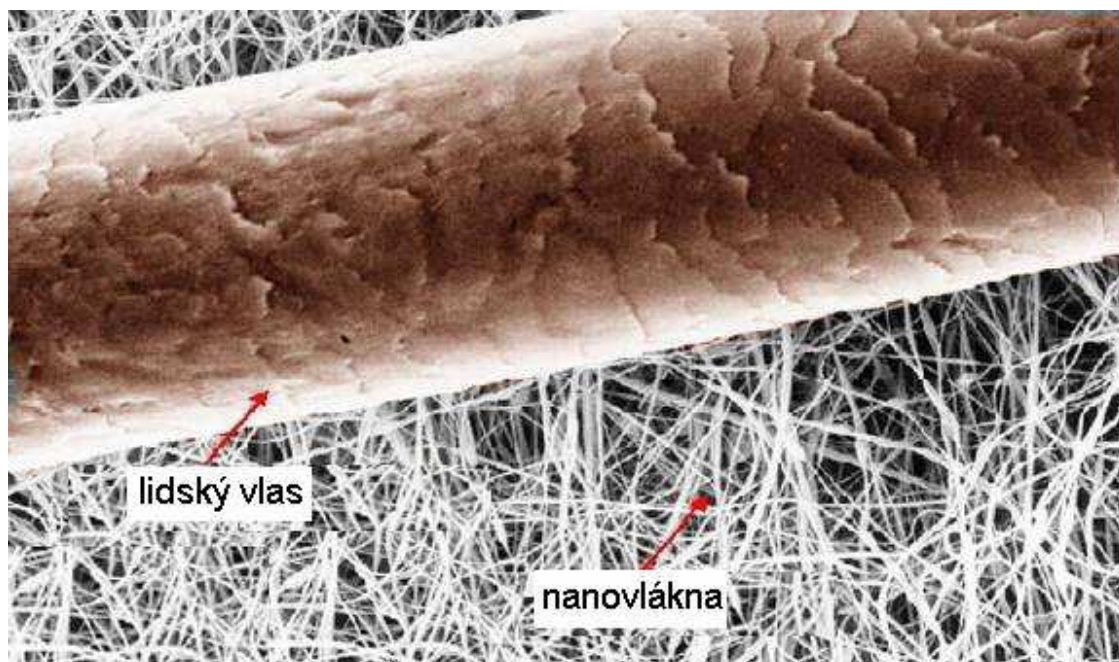
Některé tyto faktory spolu souvisí, ovšem je zatím velice těžké teoreticky určit, jaký vliv má jednotlivý faktor na průběh elektrostatického zvlákňování u různých polymerů. Hledání optimálních parametrů je tedy spíše otázkou dalších experimentálních měření.

Úkolem této práce bude stereologicky zhodnotit pomocí obrazové analýzy vyrobené nanovláknenné vrstvy z polymerního roztoku polyuretanu na zvlákňovacím zařízení z hrotu, jehly a válečku v poloprovozu netkaných textilií. Při výrobě budou měněny procesní parametry jako je relativní vlhkost a vzdálenost elektrody od kolektoru. Poté bude hodnocen průběh zvlákňování, průměry vláken a anizotropie vyrobených nanovláknenných vrstev. Anizotropie byla zkoumána ruční stereologickou metodou pomocí Steinerova kompaktu.

2 TEORETICKÁ ČÁST

2.1 NANOVLÁKNA

Nanovláknna jsou polymerní vlákna s průměry až tisíckrát menšími než je průměr lidského vlasu, obr. 1.



Obr. 1: Nanovláknna v porovnání s lidským vlasem [17].

Průměr těchto vláken je v rozsahu nanometrů, uvádí se 50-1000 [nm]. Jiná vlákna vyrobená ostatními způsoby zvlákňováním mají větší průměr, tab. 1.

Typ vlákna	Vláknový průměr [μm]
nanovláknna	0,05
spunbond vlákna	20
meltblow vlákna	2

Tab. 1: Porovnání nanovláken s konvenčními vlákny [18].

Nanovláknna jsou označována za materiály třetího tisíciletí, které mají přinést revoluci v elektronice, medicíně, automobilovém průmyslu, ve filtraci, v ochraně životního prostředí, nanokompozitech, energii a IT, ochranných pomůckách a bariérách [1].

2.1.1 Metody přípravy nanovláken

Nanovláknna lze vyrobit několika postupy.

Dloužení (drawing)

je operace, která je jako zvlákňování za sucha ve vlnářském průmyslu. Může produkovat velmi dlouhá jednotlivá nanovláknna.

Fázová separace (phase separation)

je operace, která se skládá z rozpouštění, želatinace, extrakce za pomoci různých rozpouštědel, mrazení a sušení z čehož následně vznikne nanorozměrná pórovitá pěna. Proces je časově náročný, z důvodu převodu pevného polymeru do nano-porézní pěny.

Podložková syntéza (template synthesis)

je proces využívající membránu s nanorozměrnými póry pro tvorbu nanovláken nebo nanotrubíček za použití různých materiálů, např. elektricky vodivých polymerů, uhlíku, polovodičů. Při této operaci se neprodukují jednotlivá nanovláknna.

Elektrostatické zvlákňování (electrospinning)

je metoda, která je schopná produkovat nanovláknna z různých polymerů v průmyslovém měřítku a je tedy komerčně využitelná [2 - 5].

2.1.2 Použití nanovláken

2.1.2.1 Biomedikální aplikace

Jsou aplikace pro tkáňové inženýrství, lékařská protetika a podložky pro růst tkání. Z hlediska biologického jsou to lidské tkáně a orgány uložené v nanovláknenných formách, či strukturách.

Elektrostaticky zvlákněná nanovláknna byla zkonstruovaná pro tkáňové protetické aplikace jako krevní cévy, vaskulární, prsní. Na tvrdé tkáňové protetické zařízení lze užít elektrostaticky zvlákněná bikompatibilní nanovláknna deponována jako tenký pórovitý film.

Již se podařil vyvinout materiál, který napodobuje kost a je to první krok k umělým kostním náhradám [5].

Klasická operace srdce vyžaduje použití žil z nohou pro nahrazení poškozených krevních cév. V Commonwealth university vyvinuli nanotechnologii, která by mohla

být použita v krevních cévách, které můžeme vidět na obr. 2. Nejprve je elektrostaticky zvlákněna trojrozměrná konstrukce a poté jsou měkké svalové buňky umístěny na její povrch. Umělé krevní cévy nové generace jsou z kolagenu, který je přirozenou součástí těla a dovoluje buňkám růst na svém povrchu vylučujícím jejich odmítnutí organismem [12].



Obr. 2: Umělá krevní céva [13].

Jako nové antiadhezní membrány se podařilo vyvinout nanovláknennou membránu sloužící pro ochranu slepené tkáně od slepení při hojení. Časem se v těle rozloží jako biodegradabilní stehy. Tento antiadhezní materiál je vytvořen elektrostatickým zvlákněním.

Pro nové obvazoviny jsou používána polymerní nanovláknna pro ošetření zranění popálenin kůže. Pomocí elektrického pole mohou být jemná vlákna z biodegradabilních polymerů stříkána přímo na zraněné místo kůže, aby tvořila vláknitý podložený obvaz, můžeme vidět na obrázku 3. Díky tomu se zranění hojí lépe, kůže může normálně růst a nevytváří se jizvová tkáň, která by se při tradičním ošetření vyskytovala.



Obr. 3: Tvorba obvazové vrstvy přímo na kůži [13].

V dnešní době nemocí jako je SARS, potřebuje svět lepší ochranné roušky a respirátory. Na Washington univerzity vyvinuli tenký materiál z polymerních nanovláken, který zabrání postupu virů a bakterií. Klasické ochranné masky jsou při delším nošení nepohodlné. Vyvinutý nanovláknenný materiál pro masky se skládá z méně než dvou procent materiálu, více než 98 procent vzduchu a je vytvořený pro větší efektivnost a příjemnější nošení. U těchto roušek (obr. 4) došlo k zlepšení pohlcování částic a také ke snížení tlakového spádu.



Obr. 4: Ochranná rouška z nanovláken [13].

Současné roušky jsou z 90 % ze skleněných mikrovláken o průměru asi 500 nanometrů, ale tyto vlákenné roušky jsou vyrobeny z polymerních nanovláken o

průměru v rozsahu zhruba 20-30 nanometrů. Malý rozměr je důležitý, protože bakterie je velká řádově v mikrometrech. Viry jsou ještě menší, hodně z nich v rozsahu nanometrů (viz tab. 2).

Nejmodernější ochranné vojenské oděvy kladou důraz na funkčnost a odolnost při extrémních povětrnostních podmínkách. V této době, kdy jsou obavy z možného teroristického útoku na civilní obyvatelstvo, se vývoj respirátorů a ochranných pomůcek zaměřuje proti bojovým a chemickým látkám jako je yperit, sarin, tabun, aby chránily před inhalacemi a kožní absorpcí.

První zkoušky ukázaly, že elektrostaticky zvlákněná nanovlákna mají s porovnáním s konvenčními textiliemi extrémní efektivitu v zachycování aerosolech částic [5,6].

2.1.2.2 Filtrační aplikace

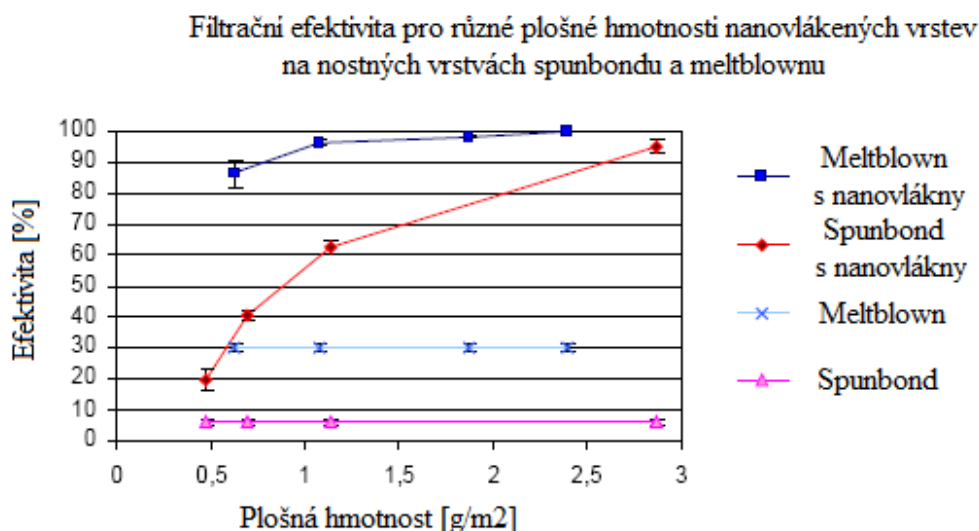
Filtrace je důležitou součástí mnoha průmyslových oblastí. Vláknenné materiály používané ve filtrech zvyšují účinnost filtrace za nízkého odporu vzduchu. V moderních filtrech se používají netkané materiály vytvořené technologií Meltblown a spunbond nebo jejich kombinace.

Účinnost filtrace úzce souvisí s jemností vláken. Elektrostatickým zvlákněním lze vyrobit nanovrstvu, která je schopná odfiltrovat nebezpečné bakterie a viry, jejichž velikost najdeme v tab. 2.

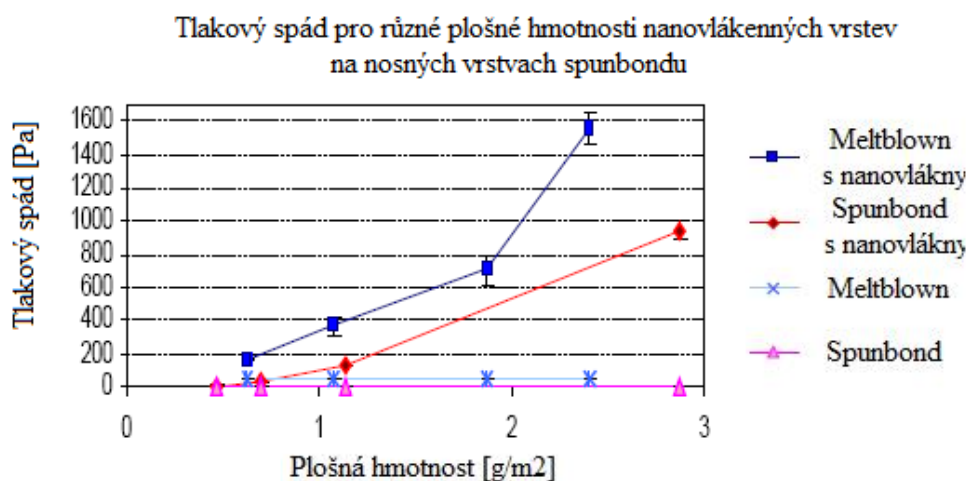
Příklady biologických struktur	Rozměr[nm]
Leukocyty	10000
Bakterie	1000 - 10000
Viry	75 - 100
Proteiny	5 - 50
DNA (šířka)	2
Atom	0,1

Tab. 2: Příklady velikostí biologických struktur [9].

Velkou výhodou nanovláken je malý pokles filtrační propustnosti s malým vzrůstem tlakového spádu a zároveň rychlý vzrůst filtrační efektivy což můžeme vidět na obrázku 5 a 6, kde je porovnávána filtrační účinnost nanovláknenné vrstvy nanosené na podkladovou vrstvu meltblownu, spunbondu a bez ní.



Obr. 5: Závislost filtrační efektivity na plošné hmotnosti testovaných vrstev [10].



Obr. 6: Závislost tlakového spádu na plošné hmotnosti testovaných vrstev [10].

V účinných a efektivních filtrech se používají vlákna velikosti nanometrů ve filtrační struktuře. Díky vysokému měrnému povrchu a vysoké povrchové kohezi mohou být zachyceny malé částčky řádu $< 0,5 \text{ } [\mu\text{m}]$ v elektrostaticky zvlákněných nanovlákných filtrech.

Nanovláknenné membrány pokryté nějakými selektivními činiteli, nebo vyrobené ze specifických polymerů mohou být použity jako molekulové filtry, které by mohly být aplikovány na odhalení a filtraci činitelů chemických a biologických zbraní [5, 6, 11].

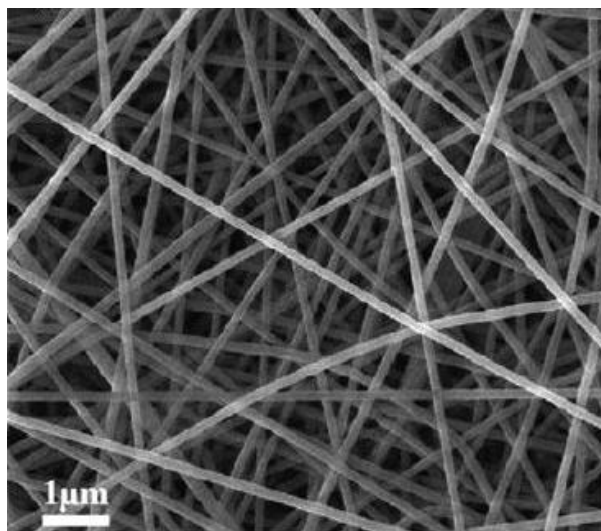
2.1.2.3 Kompozitní aplikace

Kompozity můžeme vyztužit vlákny, díky kterým kompozitní materiály poskytnou lepší strukturní vlastnosti jako vysoké měrné moduly, měrnou pevnost. Tyto vlastnosti

nemohou být obvykle dosaženy u samostatných materiálů. Nanovlákná mohou mít vyšší mechanické vlastnosti než mikrovlákná ze stejných materiálů.

Nejnovější polymerní kompozity vyztužené elektrostaticky zvlákněnými nanovlákný jsou vyvíjeny pro poskytnutí výjimečných chemických a fyzikálních vlastností při zachování jejich požadovaného mechanického výkonu.

Uhlíková nanovlákná používaná pro kompozitní aplikace jsou vyráběna z prekuzorů polymerních nanovláken, které můžeme vidět na obrázku 7. Tento druh kompozitů z kontinuálních uhlíkových nanovláken používáme jako filtry, tepelněizolační materiály v letectví a polovodičových zařízeních, pro vysokoteplotní katalyzátory. Uvažuje se o nich jako o kandidátech pro dobíjecí baterie, superkapacitory, či malá elektronická zařízení [6, 7].



Obr. 7: Uhlíkové nanotrubičky [8].

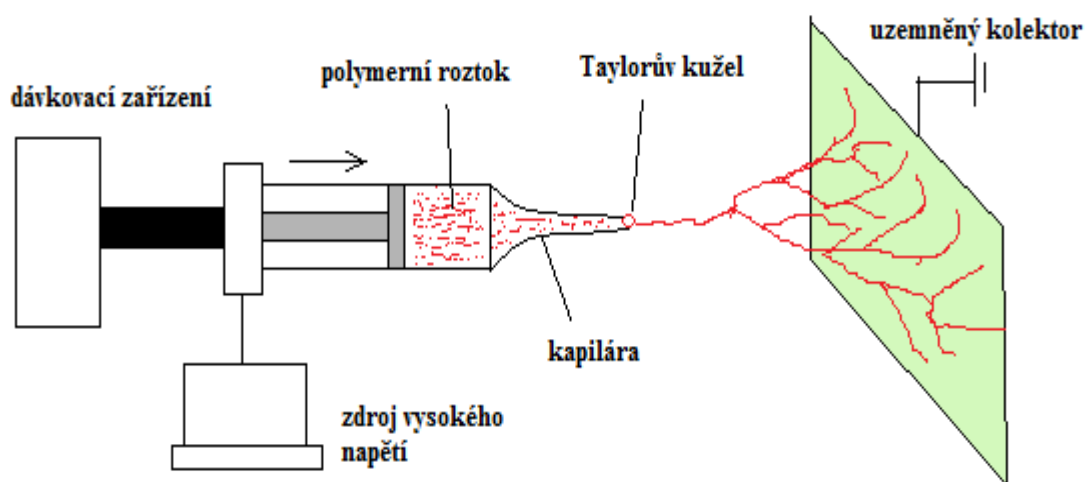
2.1.2.4 Elektrické a optické aplikace

Vývoj vodivých nanovláken se zaměřuje na možnost použití pro výrobu senzorů, Schottkyho spojek, aktuátorů a malých elektronických zařízení. Vodivé nanovláknité membrány se dají použít jako pórovité elektrody pro vývoj velmi výkonných baterií, díky tomu že elektrochemická reakce je úměrná ploše povrchu. Vodivé membrány se dají použít jako ochrana proti korozi, elektromagnetické interferenční stínění, či fotovoltaické zařízení [5].

2.2 ELEKTROSTATICKÉ ZVLÁKŇOVÁNÍ

V roce 1934, publikoval Formhals první patent popisující experimentální zařízení pro produkci polymerních vláken s použitím elektrostatické síly.

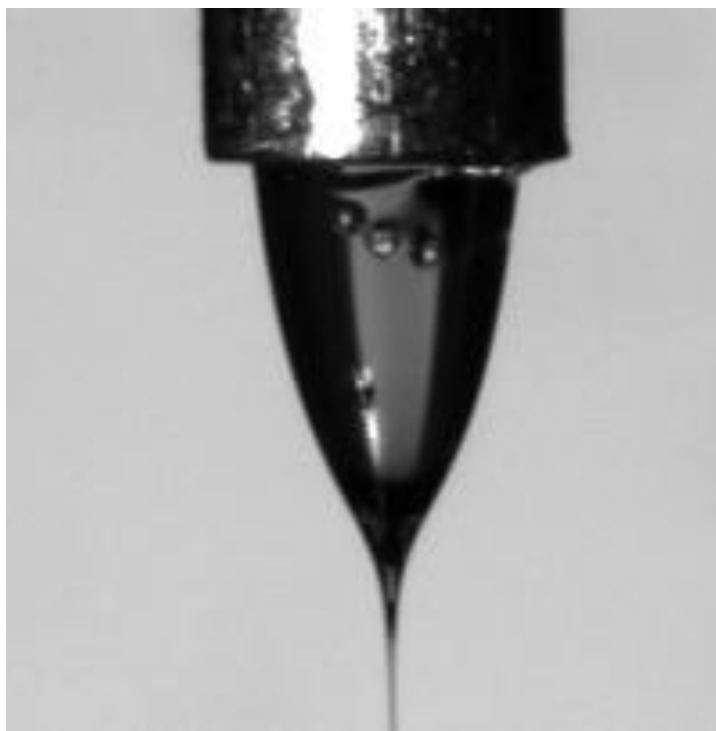
V procesu elektrostatického zvlákňování, obrázek 8, se využívá vysoké napětí k vytvoření elektricky nabitého proudu polymerního roztoku či taveniny. Elektroda vysokého napětí je napojena na polymerní roztok, ten je následně zvlákněn kapilárou (zvlákňovací tryškou). Mezi špičkou kapiláry a uzemněným kolektorem působením vysokého elektrického napětí vzniká tzv. Taylorův kužel, z kterého jsou produkována vlákna. Po odpaření rozpouštědla vlákna ztuhnou a vytvoří nanovláknennou vrstvu na kolektoru [5].



Obr. 8: Schéma principu elektrostatického zvlákňování – horizontální kapilára (jehla, stříkačka).

Díky elektrickému poli mezi kapilárou a kolektorem je na povrchu kapaliny tvořeny elektrické náboje, ty se vzájemně odpuzují. Stažení povrchových nábojů k opačné elektrodě zapříčiní vznik síly přímo opačné působícímu napětí. Zvyšováním intenzity elektrického pole se prodlužuje hemisférický povrch kapaliny ve špičce kapilární trubičky, až vytvoří kuželovitý tvar tzv. Taylorův kužel, obr. 9. Zvyšováním elektrického pole se dosáhne kritické hodnoty, při které odpudivá elektrostatická síla překonává povrchové napětí a ze špičky Taylorova kuželu je vypuzen nabitý proud kapaliny. Díky tomu, že proud polymerního roztoku podstoupí nestability a prodlužování, stane se velmi dlouhým a tenkým. Přitom se odpaří rozpouštědlo a

zanechá po sobě polymerní vlákno. V případě taveniny vytékající proud ztuhne na své dráze od kapiláry ke kolektoru. Kolektorem obvykle bývá rovná kovová deska nebo mřížka. Ta může být pokryta textilií, na kterou se nanovlákná nanáší. Pro kontinuální výrobu je možné použít rotujícího válce či dopravník z nosné textilie [5, 6].



Obr. 9: Taylorův kužel [13].

V oblasti elektrostatického zvlákňování byl zaznamenán velký pokrok z důvodu možného použití nanovláken v řadě aplikací. Mnoho vědeckých týmů se snažilo vyvinout zařízení, které by dokázalo vyrábět nanovlákná v masovém měřítku a bylo schopné průmyslové výroby. Jedno z řešení je sériové zařazení více pipet vedle sebe. Problém je ovšem možné ucpávání jehel polymerem. Mezi možné způsoby patří také elektrostatické zvlákňování z hrotu, díky poznatku, že Taylorův kužel na obrázku 10, vznikl na kapce polymeru na válcové elektrodě, jejíž popis je na obrázku 11. Tato metoda je však málo produktivní a pro výrobu ve velkém měřítku se nehodí.

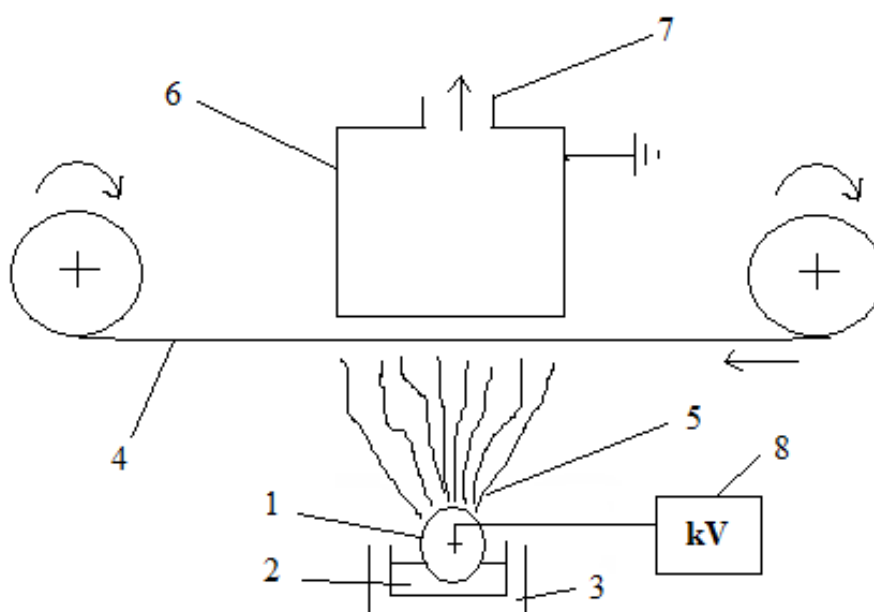


Obr. 10: Vznik Taylorova kuželu na válcové elektrodě (hrotu) [13].



Obr. 11: Zvlákňování z hrotu [13].

Díky mnoha novým poznatkům a provedených experimentů, na katedře netkaných textilií technické univerzity v Liberci vznikl světový patent, technologie nanospider. Jeho schéma můžeme vidět na obrázku 12. Dolní elektroda je kovový válec (1), který se otáčí v zásobníku (3) s polymerním roztokem (2). Válec je připojen na zdroj vysokého napětí (8) a rotačním pohybem se na jeho povrch nanáší tenká vrstva polymeru. Na povrchu válce se díky vysokému napětí vytváří Taylorovy kužely (5), elektrostaticky nabitá vlákna jsou přitahována ke kolektoru (6), který je uzemněn. Vlákná se usazují na podkladové textilii (4), která je vedena pod kolektorem. Komora přístroje je vybavena odsáváním výparů (7) vzniklých po odpaření rozpouštědla.



Obr. 12: Schéma zařízení nanospider. (1) kovový válec, (2) polymerní roztok, (3) zásobník polymeru, (4) podkladová textilie, (5) Taylorovy kužely, (6) uzemněný kolektor, (7) odsávání výparů, (8) zdroj vysokého napětí.

V posledních letech se výzkum zaměřoval na podrobnější chápání elektrostatického zvlákňování nebo na hledání optimálních parametrů za účelem ovládnutí velikosti nanovrstev, distribuci a morfologii pro různé druhy polymerů. Výsledky ukázaly, že materiálové podmínky, jako je typ polymeru, rozpouštědlo a koncentrace, elektrická vodivost, viskozita, povrchové napětí či procesní podmínky jako použité napětí, vzdálenost od kolektoru, teplota a vlhkost ovlivňují výsledný produkt. Rychlost sběrného zařízení u kontinuálního zařízení na výrobu nanovláken vrstvy je také důležitý faktor (rotující kolektor ve tvaru válce, rychlost dodávání podkladové textilie) [5].

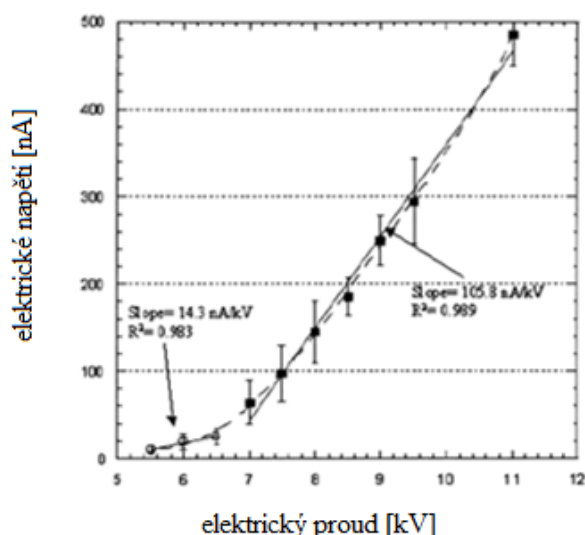
2.2.1 Parametry procesu elektrostatického zvlákňování

Proces elektrostatického zvlákňování ovlivňují jak materiálové, tak procesní podmínky. Mezi materiálové podmínky patří typ polymeru, koncentrace, elektrická vodivost, povrchové napětí či viskozita. V průběhu experimentu byly měněny hlavně procesní podmínky, jako je vzdálenost elektrod, relativní vlhkost a teplota.

2.2.1.1 Vliv elektrického napětí

Elektrické napětí je určeno jako práce vykonaná elektrickými silami při přemístování kladného elektrického náboje mezi dvěma body v prostoru. Elektrické napětí lze také vyjádřit jako rozdíl elektrických potenciálů v obou bodech v prostoru. Jeho značka je U a jednotkou je volt V [16].

Velikost napětí má vliv na distribuci a transport proudu. Předpokladem je, že stupeň nestability kapalného povrchu, ze kterého vzniká proud při elektrostatickém zvlákňování, vytvoří změny ve vlákněné morfologii. Vláknina při zvlákňování přenáší náboj přes vzdálenost mezi nabitým zvlákňovacím zařízením a elektricky uzemněným cílem, který uzavírá celý obvod. Při elektrostatickém zvlákňování je kvůli iontové vodivosti náboje v polymerním roztoku obvykle považován elektrický proud za zanedbatelný. Na obrázku 13 můžeme vidět viditelnou závislost mezi aplikovaným elektrickým napětím a naměřeným elektrickým proudem procesu elektrostatického zvlákňování.



Obr. 13: Závislost elektrického proudu procesu elektrostatického zvlákňování na elektrickém napětí [5].

V elektrostatickém zvlákňování vyšší elektrické napětí vypudí více kapaliny v proudu, což způsobí větší průměr vláken vyrobené vlákenné vrstvy [5].

2.2.1.2 Termodynamická teplota a relativní vlhkost

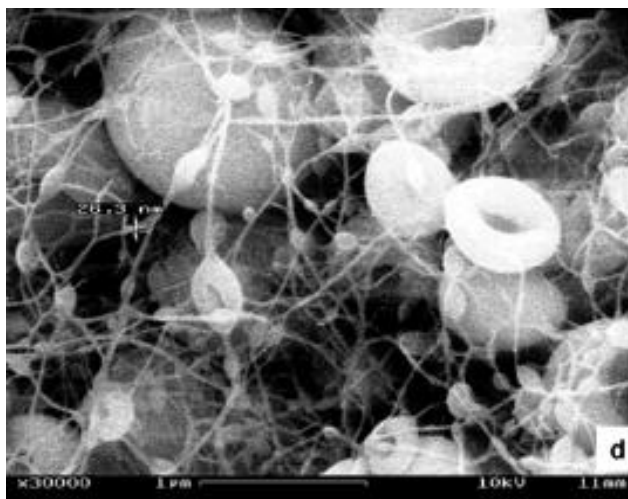
Termodynamická teplota T (též absolutní teplota) je fyzikální stavová veličina, která vyjadřuje stav termodynamické rovnováhy tělesa. Jednotka termodynamické teploty je stupeň Celsia [$^{\circ}\text{C}$].

Relativní vlhkost vzduchu (též poměrná vlhkost) je poměr mezi okamžitým množstvím vodních par ve vzduchu a množstvím par, které by měl vzduch o stejném tlaku a teplotě při plném nasycení. Udává se v procentech [%].

Vyšší teplota polymerního roztoku zvyšuje rychlost odpaření rozpouštědla a snižuje viskozitu, při nižší viskozitě zapletení polymerních řetězců nekladou takový odpor elektrostatické síle proti vydloužení vláken, proto se výsledný průměr vláken zmenší. Nicméně, v případech kdy jsou do polymerního roztoku přidána aditiva jako enzymy nebo proteiny, může vysoká teplota způsobit ztrátu jejich funkcionality [22, 23, 27].

2.2.1.3 Vzdálenost mezi elektrodami

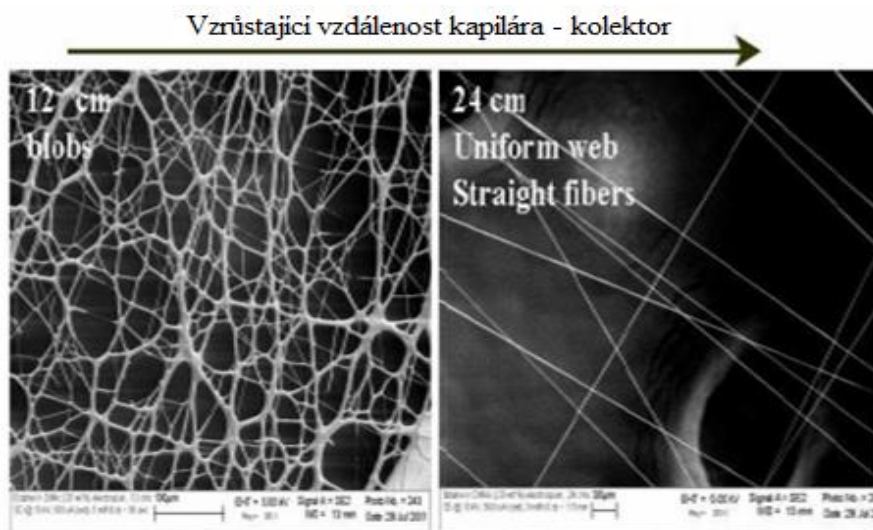
Vzdálenost mezi elektrodami ovlivňuje výslednou morfologii vláken. Při tvorbě hladkých vláken se musí z roztoku na cestě mezi elektrodami rozpouštědlo vypařit. Pokud je vzdálenost mezi elektrodami příliš malá, rozpouštědlo nemá dost času na vypaření a jeho zbytky mohou způsobit sloučení vláken do slepené vrstvy.



Obr. 14: Perličkový defekt [5].

Malá vzdálenost může také způsobit tvorbu koráلكových defektů, obrázek 14, díky zvýšené intenzitě elektrického pole, která je způsobena menší vzdáleností mezi

elektrodou a kolektorem. Tento jev může nastat také při zvyšování elektrického napětí. Velká vzdálenost mezi elektrodami zvyšuje čas, který je potřeba k vydloužení vláken. Větší vzdálenost však způsobí pokles intenzity elektrického pole. Z tohoto důvodu má vzdálenost mezi elektrodami menší vliv na výsledný průměr nanovláken [8, 25].



Obr. 15: Vliv vzrůstající vzdálenosti kapilára – kolektor 20 % Estane® 5750 [5].

Z obrázku 15 je patrné, že s rostoucí vzdáleností kapilára – kolektor, se snižuje průměrný průměr vláken. Struktura s korálovými defekty převládá u nižších koncentrací, se stoupající koncentrací se zvyšuje i průměrný průměr vláken [5].

2.3 STRUKTURNÍ CHARAKTERISTIKA TEXTILÍ

Strukturní parametry se dělí na makroskopické, kde se parametr vztahuje k textilii jako celku, a mikroskopické, kde se parametr vztahuje ke strukturním prvkům textilie. Mezi charakteristiky textilního výrobku patří tloušťka textilie, která je dána normou ČSN 80 0844. Značíme ji malým písmenem t a je definována jako vzdálenost mezi lícovou a rubovou stranou mezi dvěma destičkami pod stanoveným tlakem. Dále mezi ně patří délka, šířka textilie, jejichž zjišťování je dáno normou ČSN 80 0840. Délka vzorku L_o je vzdálenost mezi začátkem a koncem vzorku, šířka vzorku W_o je vzdálenost mezi podélnými kraji. Plošný obsah textilie A vypočítáme $A = L_o \times W_o$. Vzorky jsou ve tvaru obdélníku dle normy ČSN 80 0072 [14].

Mezi globální parametry struktury patří, součinitel zaplnění Z . Nejdříve si musíme vyjádřit objem vláken v textilii $V(v)$, objem pojiva v textilii $V(p)$ a objem netkané textilie $V_{(NT)}$. Pomocí těchto veličin můžeme vyjádřit tři různé typy zaplnění.

Součinitel zaplnění netkané textilie vlákeny $Z_{(v)}$ můžeme vyjádřit jako

$$Z_{(v)} = V_{(v)} / V_{(NT)}. \quad (1)$$

Součinitel zaplnění netkané textilie pojivem $Z_{(p)}$ můžeme vyjádřit jako

$$Z_{(p)} = V_{(p)} / V_{(NT)}. \quad (2)$$

Součinitel zaplnění netkané textilie $Z_{(NT)}$ můžeme vyjádřit jako

$$Z_{(NT)} = (V_{(v)} + V_{(p)}) / V_{(NT)}. \quad (3)$$

Mezi další parametry patří parametr z , který určuje poměr mezi velikostí celkového povrchu vláken textilie, který ve styku s pojivem a celkovým povrchem vláken. Parametr τ , vyjadřuje podíl velikosti povrchu vláken zasažených pojivem a objemu pojiva.

Součinitel využití pojiva K , vyjadřuje využití pojiva v netkané textili.

Textura netkaných textilií T (Θ), vyplývá ze skutečnosti, že vlákna každé netkané textilie jsou orientovány v nějakém směru [14].

Tyto globální charakteristiky mohou být i charakteristiky lokální (mikroskopické), pokud je budeme zkoumat v mikroskopické oblasti.

Mezi lokální charakteristiky patří:

Průměrná délka volného úseku mezi vaznými místy l_o a vyjadřuje ji vztah

$$l_o = \frac{\sum_{i=1}^n l_{oi}}{n}, \quad (4)$$

kde l_{oi} je délka volných úseků jednotlivých vláken a n je celkový úsek vláken v textili. Index i může nabývat hodnot od 1 až po n . Globální i mikroskopické parametry závisí na hodnotách objemů, délek, obsahů ploch, či počtu složek textilie [14].

2.4 STEREOLOGIE TEXTILNÍCH MATERIÁLŮ

Náplň stereologie je zkoumat materiály, obvykle neprůhledné na řezech a projekcích tenkých vrstev. Obvykle se hodnotí jen určitá část vzorku. Při zkoumání struktury jsou používány různé metody stereologie. Mezi nejmodernější způsoby patří obrazová analýza, která se používá nejen v nauce o materiálu, ale také v lékařství, biologii a různých vědních oborech [14].

Definice stereologie je následující:

Stereologie je matematickou metodou statického výběru a zpracování geometrických dat, která poskytuje odhady veličin popisujících n-rozměrné objekty z údajů získaných měřeními na řezech, či projekcích těchto objektů [14].

Například objem trojrozměrného tělesa lze vyjádřit jako určitý integrál.

$$V(K) = \int_0^H a(z) dz, \quad (5)$$

kde $V(K)$ značí objem tělesa, $a(z)$ je plocha řezu tělesa a H je délka kolmého průmětu tělesa K do osy z .

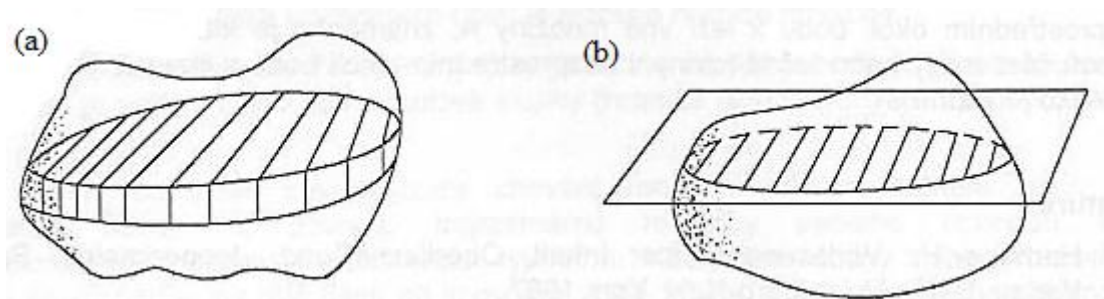
Další je Cavalieriho princip známý již v 17. století, který platí pro trojrozměrné i dvojrozměrné útvary. Je formulován tak, že objemy dvou trojrozměrných, nebo dvojrozměrných objektů jsou si rovny, pokud si jsou rovny obsahy, či délky vzájemně si odpovídajících řezů. Charakteristiky těchto objektů lze porovnávat sledováním řezů, které mají nižší dimenzi než původní objekt. Stereologické metody využívají také pravděpodobnost a statistiku, díky čemuž nemusíme prozkoumávat velký počet řezů nebo projekcí.

Buffonova úloha zkoumá, s jakou pravděpodobností náhodně hozená jehla protne osnovu rovnoběžek vzdálených od sebe o stejnou vzdálenost. Délka jehly je menší, než vzdálenost rovnoběžek od sebe. Buffon odvodil vztah: $P = 2j/\pi d$, kde P označuje pravděpodobnost, j označuje délku jehly, d vzdálenost rovnoběžek od sebe. Odhad pravděpodobnosti P je při hodně pokusech relativní četnost $P^* = \lim_{N \rightarrow \infty} \frac{n}{N}$, kde n označuje počet příznivých pokusů a N je celkový počet pokusů. Z tohoto vztahu dostaneme odhad vzdálenosti d , který se dá vyjádřit jako $[d] = \frac{2j}{\pi P^*}$ [14].

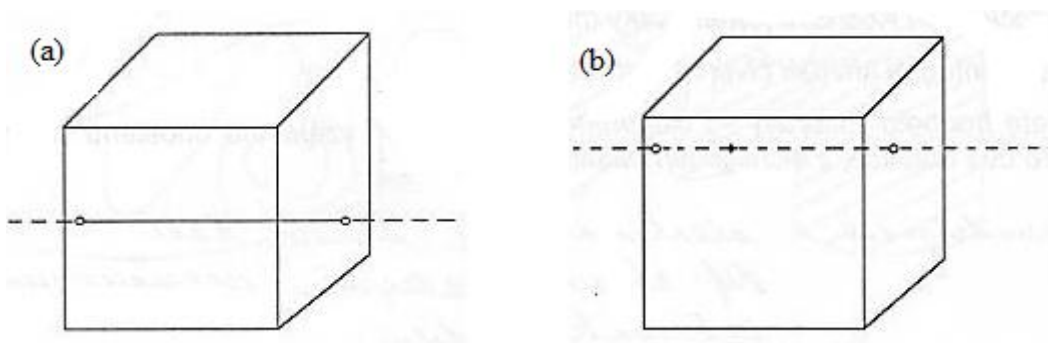
2.4.1 Řezy

Strukturní parametry velkého množství materiálů je těžké určit, protože jsou neprůhledné, proto u nich můžeme určit strukturní parametry na řezech a projekcích tenkých vrstev. Řez obecně chápeme jako dvojrozměrný rovinný řez trojrozměrného tělesa. Definovat řez můžeme také jako průnik trojrozměrného prostoru, prostorem dvojrozměrným. Podle dimenze pak získáme různé typy řezů. Trojrozměrný typ řezu

získáme průnikem trojrozměrného tělesa jiným trojrozměrným tělesem. Často je to tenká vrstva mezi paralelními rovinami, dvojrozměrný řez je průnik tělesa rovinou, oba můžeme vidět na obrázku 16. Pokud tělesem proniká přímka, jedná se o jednorozměrný řez a je-li z tohoto průniku vybrán jediný bod, jedná se o řez dimenze nula, obr. 17.



Obr. 16: Trojrozměrný řez (a), dvojrozměrný řez (b) [14].



Obr. 17: Jednorozměrný řez (a), nulazměrný řez (b) [14].

Struktuře vlákenného objektu můžeme přiřadit charakteristiky, které souvisejí s velikostí povrchu, objemem, lineární charakteristikou a počtem izolovaných částí objektu. Struktura vzniklá projekcí, či řezem původní struktury se nazývá indukovaná struktura. Nižší dimenze indukované struktury snižuje množství charakteristik obsažených v objektu. Trojrozměrný řez obsahuje trojrozměrnou indukovanou strukturu a obsahuje informace o čtyřech nezávislých charakteristikách. Dvojrozměrný řez obsahuje informace o třech charakteristikách, například plošném obsahu a délkou hranice. Jednorozměrný řez má v sobě obsaženy jen dvě charakteristiky, jako je třeba délka. Nula – rozměrný řez bodu má informaci pouze o velikosti objemu objektu [14].

2.4.2 Mřížky a testovací systémy

Mřížky a testovací systémy usnadňují proměření dané části objektu X pomocí periodicky uspořádaných sond B .

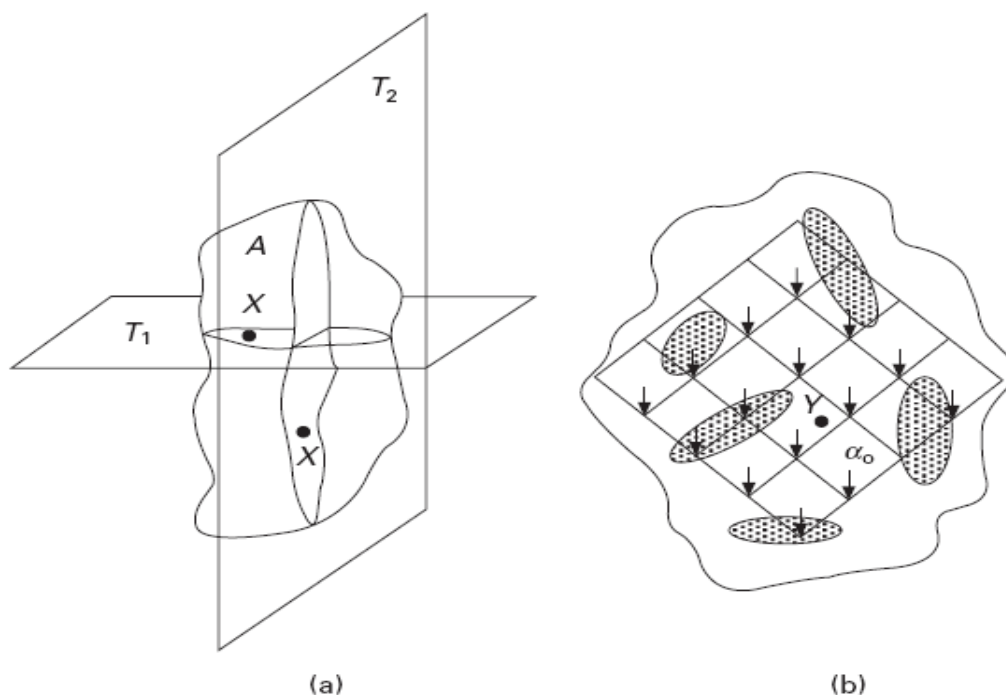
Mřížka základních oblastí je tvořena oblastmi $\alpha_0, \alpha_1, \alpha_2, \dots$ s vlastnostmi:

a/ každý bod E_n patří do jediné oblasti α_i

b/ všechny oblasti jsou translačně shodné

Oblastí rozumíme sjednocení souvislé otevřené množiny s částí její hranice.

Testovací systém obsahuje stejným způsobem umístěnou množinu B , kterou nazýváme sonda v každé základní oblasti. Sonda je tvořena obloukem, bodem, nebo obrazcem. Bod v testovacích systémech je průsečíkem dvou hranic linie a oblouková sonda je podobná části hranice linie. Z rovnoměrně náhodných a izotropních řezů vytváříme mikrosnímky, ze kterých pak měříme vybrané vnitřní strukturní charakteristiky objektů za pomoci dvojrozměrných testovacích systémů, obr. 20.



Obr. 18: Stanovení charakteristiky vnitřní struktury objektu A vychází z rovnoměrně náhodných a izotropních řezů, které vidíme naznačeny v části (a) obrázku. Z těch se zhotovují mikrosnímky, část (b), na kterých měříme pomocí testovacích systémů [19].

V některých případech můžeme zvýšit přesnost stereologického měření pomocí integrovaných testovacích systémů, které spočívají v kombinaci několika typů sond (bodové, lineární, dvojrozměrné) v jedné mřížce základních oblastí [14].

2.4.3 Popis anizotropie rovinných vláknenných systémů

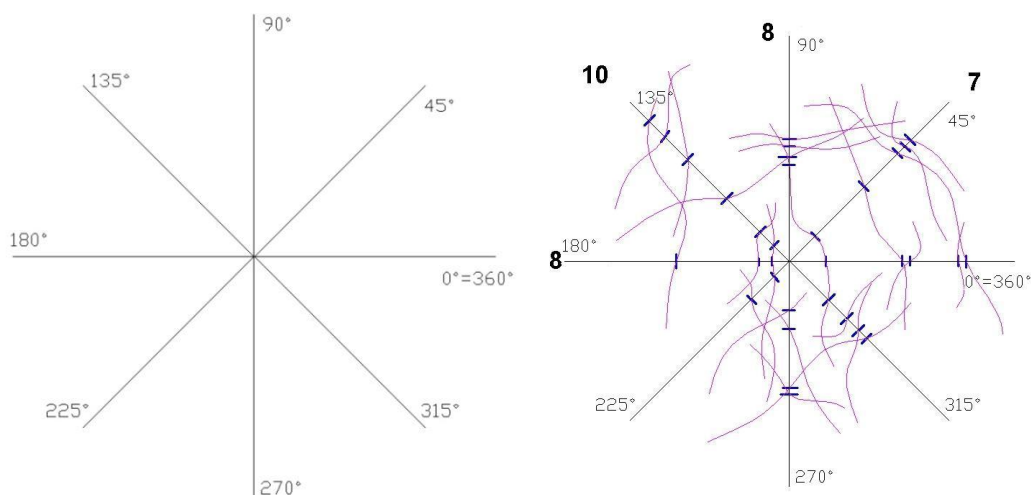
Rovinné vláknenné systémy jsou například pavučiny, rouna, pleteniny, tkaniny, netkané textilie. Jsou to také projekce tenkých vrstev objemných textilií. Hodnocení anizotropie vláknenných systémů, je důležitá charakteristika, proto se hledala jednoduchá grafická metoda.

Charakteristikou anizotropie je úhlová hustota délek nitě $f(\beta)$, ta nám určí délku úseku nitě $L(\beta, \Delta\beta)$, směřujících do úhlového rozmezí $\beta \pm \Delta\beta/2$ dle vztahu (6),

$$L(\beta, \Delta\beta) = L \int_{\beta - \Delta\beta/2}^{\beta + \Delta\beta/2} f(\beta) d\beta \quad (6)$$

kde L je celková délka nitě a funkce $f(\beta)$ značí směrovou růžici, nebo texturní funkci.

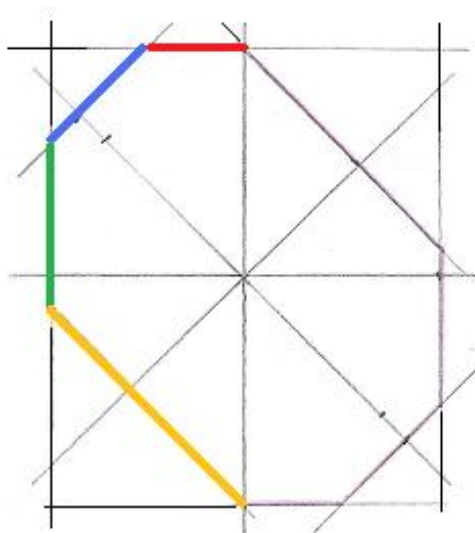
V následující části se budeme věnovat popisu jednoduché grafické metody ke zjištění směrové růžice pomocí Steinerova kompaktu. Tato metoda je použita v experimentální části. Nejprve musíme narýsovat tzv. síť úhlů na transparentní folii. Tu přiložíme na zkoumanou strukturu a zjišťujeme počty vláken, která protnou síť úhlů v jednotlivých směrech tak jako na obr. 19. Měření opakujeme



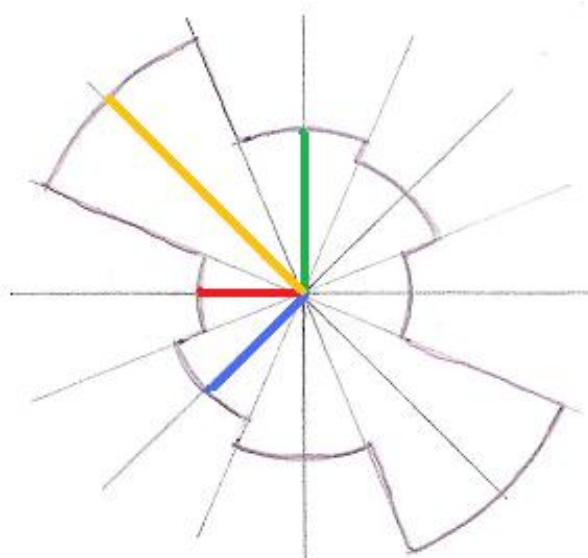
Obr. 19: síť úhlu se stejně dlouhými rameny, průsečíky sítě se zkoumaným objektem [14].

na několika místech. Hodnoty počtu průsečíků nanášíme na polární diagram (nová síť úhlů) ve zvoleném měřítku. Polární diagram poté pootočíme oproti síti úhlů o 90° . Tímto nám vznikne průsečíková růžice. V nanesených koncových bodech průsečíkové růžice vztyčíme kolmice. Ty vymezí v rovině mnohoúhelník, který musí být středově

symetrický a konvexní. Nazýváme ho Steinerův kompakt, viz obrázek 20. Vzdálenost vrcholů mnohoúhelníka určuje hodnoty texturní funkce pro směry souhlasné se směry stran Steinerova kompaktu. Poté zkonstruuujeme směrovou růžici, obr. 21, ze které je patrná orientace vláken [14].



Obr. 20: Steinerův kompakt.



Obr. 21: Odhad texturní funkce neboli směrové růžice $f(\beta)$.

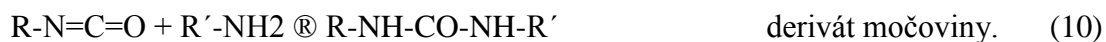
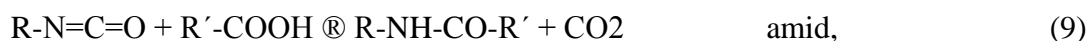
2.5 POLYURETANY

Polyuretan je polymer, který byl objeven v roce 1930. Vzniká polyadící, což je stupňovitá reakce, při které vzniká makromolekulární látka bez vzniku vedlejšího

produktu. Účastní se jí dva monomery, z nichž každý má nejméně dvě funkční skupiny. Makromolekulární látkou myslíme organickou, nebo anorganickou sloučeninu, jejíž atomy jsou spojeny hlavními (kovalentními) vazbami a má molekulovou hmotnost minimálně 10^3 [20].

2.5.1 Výroba polyuretanů

Polyuretany mají ve strukturní jednotce seskupení atomů -NH-CO-O- . V roce 1937 Otto Bayer a jeho spolupracovníci při zkoumání polyamidu připravili polyadici polyuretan pomocí diizokyanátu a diolu. Diizokyanáty jsou látky velmi reaktivní a jsou schopny reagovat s různými sloučeninami, které obsahují tzv. pohyblivý vodík, např. voda, karboxylová kyselina, amin, fenol, alkohol. Mezi hlavní adice diizokyanátu patří adice hydroxylových, aminových a karboxylových skupin, při kterých vznikají různé produkty. Jsou to



Vzniklé sloučeniny (uretany, aminy, amidy, deriváty močoviny) mají opět pohyblivý vodík, který může reagovat s přebytečnými izokyanátovými skupinami za vzniku komplikovanějších vazeb, které vedou k zesíťované struktuře.

Nejprve byl výzkum polyuretanové syntézy založen na jednoduchých diizokyanátech a diolech. Dnes se v průmyslové výrobě zaměřují často na prostředníka, polymer (polyester, polyether) a nosné skupiny (obvykle OH nebo NCO) schopné další růstové reakce a zvětšení molekulové hmotnosti. Dochází k rozšiřování polymerního řetězce, zesíťování či větvení podle výše uvedených reakcí (rovnice 7 - 10) [20, 21].

2.5.2 Vlastnosti Polyuretanů

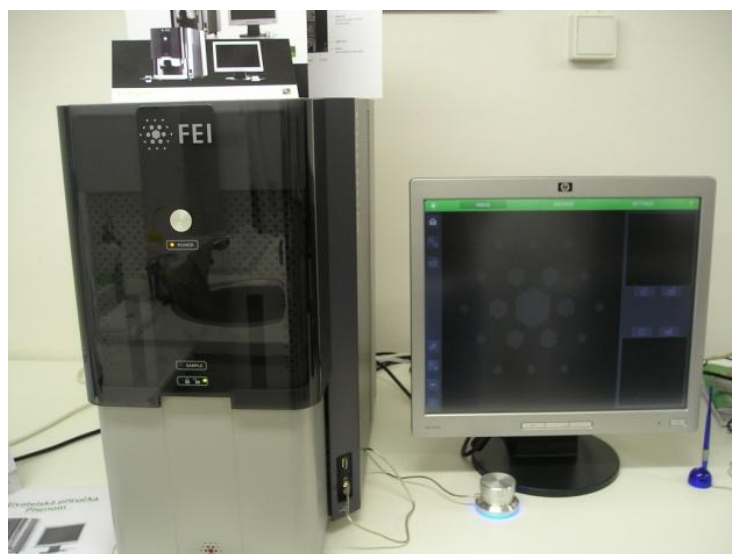
Polyuretany mají v řetězci uretanovou skupinu -NH-CO-O- , zatímco polyamidy mají skupinu -NH-CO- . Polyuretany tedy obsahují navíc kyslík v hlavním řetězci, díky kterému jsou ohebnější a mají podstatně nižší teplotu tání. Jsou velmi odolné vůči zmýdelnění alkáliemi, nebo kyselinami, mají vysokou pevnost v tahu, vysoký rozsah tvrdosti, vysoké protažení při přetržení, velkou oděruvzdornost a biokompatibilitu. Tyto

vlastnosti spolu s mnoha možnými reakcemi izokyanátové skupiny vedou k řadě polymerů pro různá použití, jako jsou lineární polyuretany, polyuretanové pěny, polyuretanové kaučuky, laky a lepidla [20, 21].

2.6 POPIS ZAŘÍZENÍ, LABORATORNÍCH PŘÍSTROJŮ A SOFTWARE POUŽITÝCH V EXPERIMENTU

2.6.1 Rastrovací elektronový mikroskop

Z kvalitních vzorků nanovrstev vyrobených metodou elektrostatického zvlákňování jsme udělali snímky pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu umístěného v laboratořích netkaných textilií TUL v Liberci, který můžeme vidět na obr. 22. Ten se skládá z mikroskopu a softwaru. Software umožňuje záznam a archivaci zvětšených obrázků ve standardním formátu, např. *.jpg. Na těchto snímcích byly hodnoceny strukturní parametry obrazovou analýzou a ručně praktickou stereologickou metodou. Těchto snímků bylo provedeno více, v různém zvětšení u každého vzorku, aby bylo možné vybrat vhodné snímky pro měření daných parametrů.



Obr. 22: Elektronový mikroskop.

2.6.2 Obrazový analyzátor NIS- Elements AR 3.0

Program NIS-Elements AR (dříve s obchodním názvem LUCIA) je jedním z nejpoužívanějších softwarů pro obrazovou analýzu v ČR. Důvodem jeho častého používání je, že má českého výrobce Laboratoř Imaging, s.r.o., a díky české jazykové verzi je velmi usnadněno jeho používání.

Tento program slouží pro pořizování a ukládání obrazů, k interaktivnímu měření geometrických vlastností vláken, přízí a plošných textilií, či jiných netextilních materiálů. Umožňuje ukládat velké množství obrazových sekvencí a dále jejich další zpracování. Snímací systém je obvykle složen z optického přístroje (mikroskop, stereomikroskop resp. makrooptika nebo scanner), kamery nebo digitálního fotoaparátu, dále z počítače a softwarového vybavení.

Úrovně programů NIS-Elements je možné rozdělit do několika stupňů podle náročnosti prováděné obrazové analýzy [26].

2.6.3 Přístroj pro měření teploty a relativní vlhkosti Omegaette HH311

Přístroj Omegaette® HH311 je ruční přístroj pro měření teploty a relativní vlhkosti vzduchu, obr. 23. Přístroj má digitálním displej, který ihned zobrazí naměřené hodnoty [28].

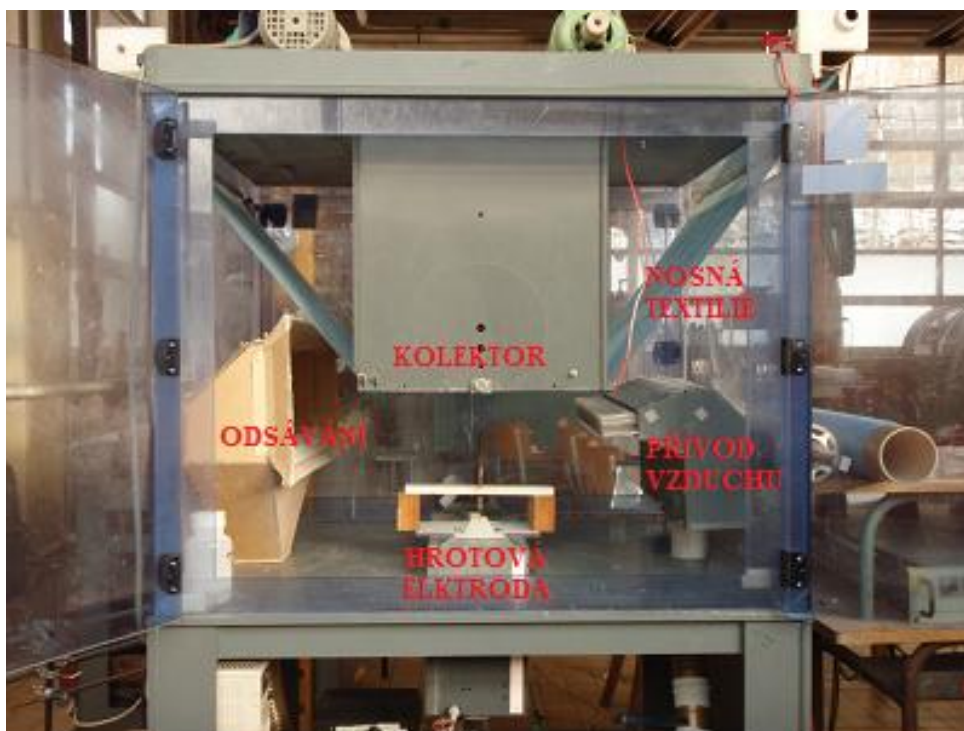
V průběhu experimentu bylo čidlo umístěno u přívodu vzduchu do komory.



Obr. 23: Omegaette HH311.

2.6.4 Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z hrotu

Toto zařízení, obr. 24, slouží ke zvlákňování z kapky roztoku polymeru umístěného na válcové elektrodě, schéma viz obr. 11.



Obr. 24: Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z hrotu.

Válcový hrot je napojen na zdroj vysokého napětí a představuje spodní elektrodu. Účinkem vysokého napětí se na kapce roztoku vytvoří Taylorův kužel, obr. 10. Nanovrstva se vytvoří na kolektoru, který je uzemněn a je pokryt černým papírem, nebo nosnou textilií. Celý proces zvlákňování se odehrává v klimatizované komoře, která je vybavena odsáváním výparů vzniklých po odpaření rozpouštědla.

2.6.5 Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z jehly

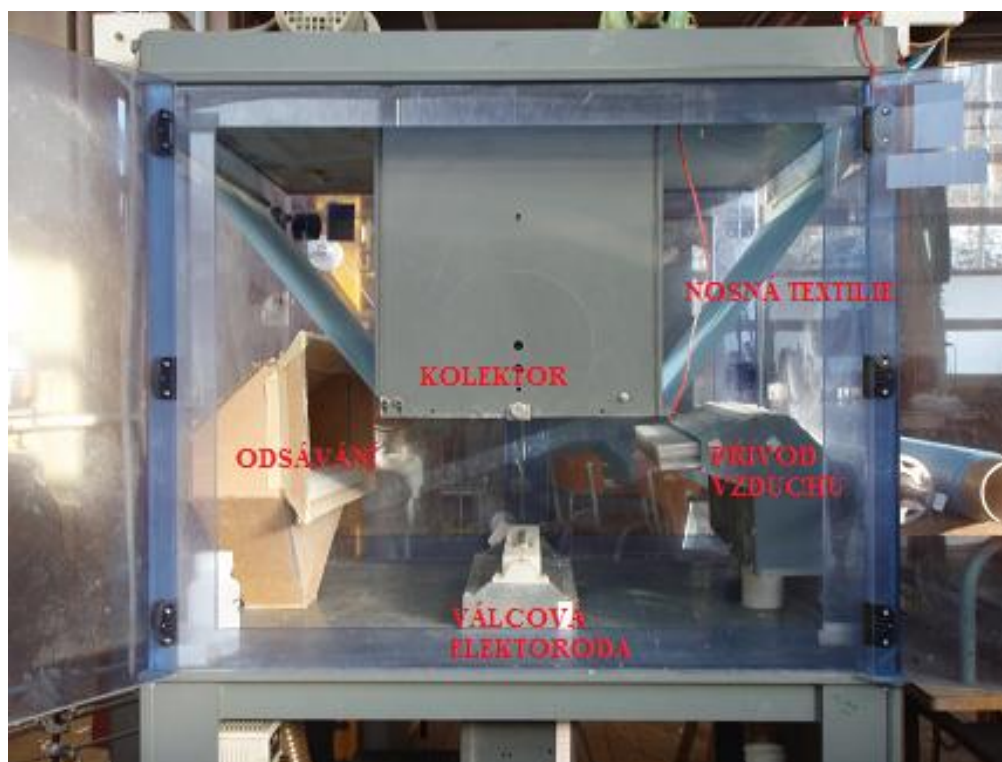
Zařízení pro zvlákňování z jehly slouží k elektrostatickému zvlákňování z polymerního roztoku. Schéma tohoto zařízení můžeme vidět na obr. 8. Zdroj vysokého napětí je přiveden přímo do jehly. Ta tedy tvoří spodní elektrodu. Roztok polymeru je umístěn ve stříkačce, která je napojena na dávkovací zařízení firmy Kd Scientific, obr. 25. Kolektor je uzemněn a je pokryt černým papírem, nebo nosnou textilií. Jehla je umístěna v klimatizované komoře vybavené odsáváním výparů vzniklých po odpaření rozpouštědla.



Obr. 25: Dávkovací zařízení.

2.6.6 Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z válce - „Nanospider“

Zařízení „Nanospider“ na obr. 26, se používá k elektrostatickému zvlákňování z polymerního roztoku.



Obr. 26: Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z válce.

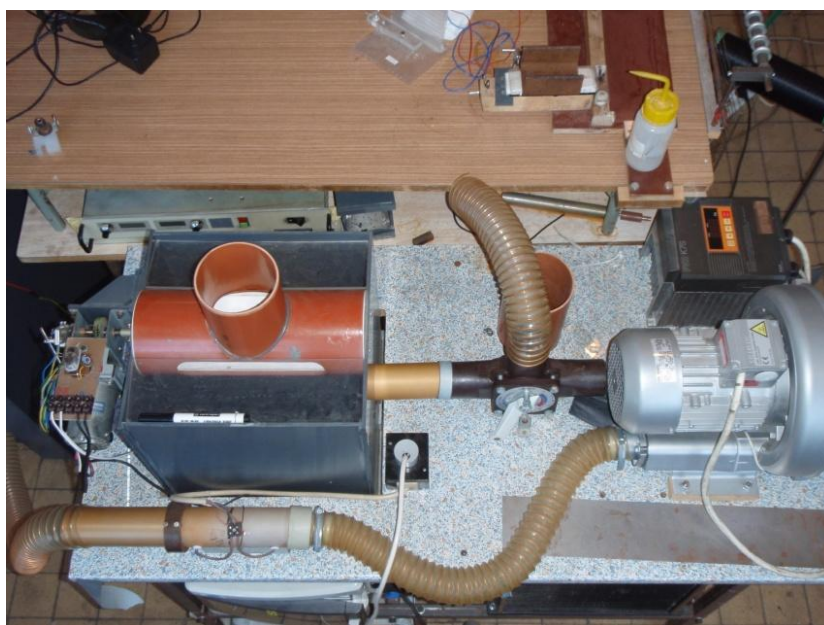
Kovový válec, který je vnořen do zásobníku s polymerním roztokem je napojen na zdroj vysokého napětí a tvoří spodní elektrodu. Z tenké vrstvy polymeru na povrchu válce, který na sebe nabírá při rotačním pohybu, vznikají vlivem účinku velmi vysokého

napětí Taylorovy kužely. Elektrostaticky nabitý roztok je přitahován ke kolektoru, který je uzemněn. Vlákná se usazují na podkladové textilií, která prochází pod kolektorem a na černý papír, který byl umístěn na kolektoru. Komora přístroje je vybavena odsáváním výparů vzniklých po odpaření rozpouštědla. Do komory je přiváděn vzduch s klimatizační jednotky, která reguluje klimatické podmínky (termodynamická teplota a relativní vlhkost).

2.6.7 Klimatizační jednotka pro zvláknovací zařízení

Klimatizační zařízení, obr. 27, bylo zkonstruováno a navrženo v poloprovozu Katedry netkaných textilií TUL v Liberci.

Vzduch z okolního prostředí je přes chladný výparník nasáván dmychadlem. Ve výparníku je vymražena velká část vzdušné vlhkosti, díky tomu získáme suchý vzduch. Množství vzduchu nasávaného dmychadlem je řízeno frekvenčním měničem. Mísící ventil umístěný v zařízení umožňuje mísit suchý a vlhký vzduch ze zvlhčovací jednotky v požadovaném poměru. Topným tělesem je možné takto upravený vzduch zahřát na požadovanou teplotu. Nutno podotknout, že dosáhnout například vysoké vlhkosti na delší dobu je velice obtížné [18].



Obr. 27: klimatizační zařízení v poloprovozu NT.

2.7 POPIS MATERIÁLŮ POUŽITÝCH V EXPERIMENTU

2.7.1 Polyuretan- Larithane

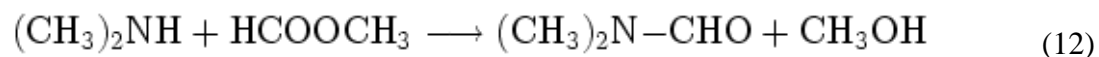
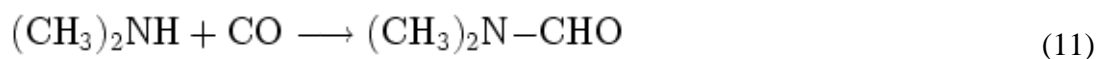
Polymer, ze kterého se připravil roztok použitý v experimentu, je 30 hmot. % polyuretan s obchodním názvem Larithane. Na trh ho dodává firma Coim, která ho využívá k výrobě umělých kůží. Jako vhodné rozpouštědlo se používá dimethylformamid. Díky tomu, že cílem experimentu nebylo měnit materiálové, ale procesní podmínky, je použit polymerní roztok, který se již delší dobu používá v poloprovozu katedry netkaných textilií, jehož složení a dobré zvlákňovací schopnosti jsou podloženy výzkumem. Níže je popsána příprava polymerního roztoku skoro 15 hmot. % polyuretanu, který byl použit pro zvlákňování.

Složení roztoku:	Larithane 30 [hmot. %]	115 [g]
	dimethylformamid	50 [g]
	nen. roztok bromu	65 [g]
	voda	5 [g]

2.7.2 Rozpouštědlo

Dimethylformamid

Dimethylformamid, ve zkratce *DMF*, je polární organické rozpouštědlo pro různé látky, polymery, jako je polyakrylonitril, polyuretan, polyamid, polyvinylchlorid, epoxidové pryskyřice. Vyrábí se dvěma způsoby: reakcí dimethylaminu s oxidem uhelnatým (11), za zvýšeného tlaku a teploty nebo reakcí dimethylaminu s metylem (12). Při tomto procesu vznikne vedlejší produkt metanol [24].



2.7.3 Nosná textilie

Jako nosná textilie pro elektrostatické zvlákňování byla použita netkaná textilie vyrobená technologií spunbond s antistatickou úpravou a plošnou hmotností 18 g/m².

2.7.4 Černý papír

Černý papír použitý v experimentu je vyroben firmou B&M a má plošnou hmotnost 80 g/m^2 .

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 PŘÍPRAVA NANOVLÁKENNÝCH VRSTEV

V experimentální části jsme si nejprve připravili 15 hmot. % roztok polyuretanu popsaného v kapitole 2.7.1. Zvlákňování bylo provedeno na zařízení pro zvlákňování z hrotu, jehly a válečku. V průběhu zvlákňování byly měněny vzdálenosti elektrody od kolektoru na 5,5; 7,5; 9,5 [cm] a různé relativní vlhkosti.

3.1.1 Zvlákňování z hrotu

Popis zařízení pro zvlákňování hrotu je uveden v kapitole 2.6.4. Zvlákňování proběhlo v poloprovozu netkaných textilií za těchto podmínek:

- teplota vzduchu v komoře 22 ± 1 [°C]
- relativní vlhkost v komoře 20, 30, 40, 50 [%]
- napětí bylo stanoveno podle tab. 3
- čas zvlákňování 30 [s]
- vzdálenost mezi elektrodou a kolektorem 5,5; 7,5; 9,5 [cm]

Vzdálenost	Napětí
95 [mm]	50 [kV]
75 [mm]	39,5 [kV]
55 [mm]	28,9 [kV]

Tab. 3: počáteční napětí pro různé vzdálenosti.

Zvlákňování probíhalo podle výše uvedeného postupu. Napětí uvedená v tab. 3 byla nastavena jako počáteční napětí pro zvlákňování a je zde zachován stejný poměr napětí k vzdálenosti. V tab. 4 jsou uvedeny skutečné hodnoty, které byly nastaveny v průběhu, aby byl zajištěn optimální zvlákňovací proces. Jak můžeme vidět v tab. 4, zejména u 20, 30% relativní vlhkosti se muselo napětí snižovat, protože docházelo k přetížení. Ve vzdálenosti elektrod 55 mm, při 30, 40% relativní vlhkosti jsme museli napětí naopak zvýšit, protože, při počátečním napětí nedocházelo ke zvlákňování. Vzniklé nanovrstvy

se ukládaly na černý papír, popsáný v kapitole 2.7.4, který byl nalepen na kolektor a na nosnou textilií, popsanou v kapitole 2.7.3, která procházela pod kolektorem.

Hrot	relativní vlhkost			
vzdálenost	RH = 50[%]	RH = 40 [%]	RH = 30[%]	RH = 20[%]
l = 95 [mm]	50 [kV]	47 [kV]	42 [kV]	43 [kV]
l = 75 [mm]	39 [kV]	38 [kV]	38 [kV]	30 [kV]
l = 55 [mm]	28 [kV]	30 [kV]	30 [kV]	27 [kV]

Tab. 4: skutečná napětí při zvlákňování z hrotu na černý papír i nosnou textilií.

3.1.2 Zvlákňování z jehly

Popis zařízení pro zvlákňování z jehly je popsán kapitole 2.6.5. Použitý polymerní roztok 15 hmot. % polyuretanu, popsáném v kapitole 2.7.1. Zvlákňovací proces proběhl v klimatizované komoře v poloproduktu netkaných textilií za těchto podmínek:

- Teplota vzduchu v komoře 22 ± 1 [°C]
- relativní vlhkost v komoře 20, 30, 40, 50 [%]
- napětí bylo stanoveno podle tab. 3
- čas zvlákňování 30 [s]
- dávkování polymeru 5 [ml/hod]
- vzdálenost mezi elektrodou a kolektorem 5,5; 7,5; 9,5 [cm]

Zvlákňování proběhlo podle výše uvedených podmínek opět na černý papír, který byl na kolektor přichycen a na nosnou textilií. Dávkovací zařízení, obr. 24, bylo nastaveno na rychlost dávkování polymeru 5 [ml/hod].

V tab. 5 můžeme vidět, že všechna napětí, ať už jsme zvlákňovali na černý papír, nebo nosnou textilií, odpovídají tab. 3. Tato metoda je málo produktivní, i přesto se nám podařilo vyrobit za všech podmínek kvalitní vlákenné nanostruktury, které bylo později možno hodnotit.

Jehla	relativní vlhkost			
vzdálenost	RH = 50[%]	RH = 40 [%]	RH = 30[%]	RH = [20%]
l = 95 [mm]	50 [kV]	50 [kV]	50 [kV]	50 [kV]
l = 75 [mm]	37 [kV]	37 [kV]	37 [kV]	37 [kV]
l = 55 [mm]	29 [kV]	29 [kV]	29 [kV]	29 [kV]

Tab. 5: skutečná napětí při zvlákňování z jehly na černý papír i nosnou textilií.

3.1.3 Zvlákňování z válce

Popis tohoto zařízení je v kapitole 2.6.6. Jako polymer, byl použit 15 hmot. % polyuretan, popsáný v kapitole 2.7.1. Zvlákňování tímto procesem, proběhlo v poloprovozu netkaných textilií za těchto podmínek:

- Teplota vzduchu v komoře 22 ± 1 [°C]
- relativní vlhkost v komoře 20, 30, 40, 50 [%]
- napětí bylo stanoveno podle tab. 3
- čas zvlákňování 30 [s]
- rychlost otáčení válce 0,14 [m/min]
- vzdálenost mezi elektrodou a kolektorem 5,5; 7,5; 9,5 [cm]

Průměr válečku, který byl částečně ponořen v polymerním roztoku polyuretanu je 20 mm. Rychlost otáčení válečku byla po celou dobu zvlákňování konstantní. Vzniklé nanovrstvy se ukládali na černý papír přichycený na kolektoru a nosnou textilií vedenou pod kolektorem.

V tab. 6 můžeme vidět, že ve vzdálenosti 55 mm od kolektoru při 40% relativní vlhkosti se nepodařilo vytvořit nanovláknennou vrstvu snížením, ani zvýšením napětí. Ve vzdálenosti 55 mm při 50, 30% relativní vlhkosti nám započal zvlákňovací proces až při výrazném zvýšení napětí. Ze získaných vrstev ve vzdálenosti 55 mm se pro další měření dala použít pouze vyrobená při 30 a 50% relativní vlhkosti, ostatní získané nanovláknenné struktury nebyly kvalitní a pro další měření nepoužitelné.

Váleček	relativní vlhkost			
vzdálenost	RH = 50[%]	RH = 40 [%]	RH = 30[%]	RH = 20[%]
l = 95 [mm]	50 [kV]	50 [kV]	54 [kV]	50 [kV]
l = 75 [mm]	40 [kV]	40 [kV]	44 [kV]	43 [kV]
l = 55 [mm]	50 [kV]	xxx	43 [kV]	35 [kV]

Tab. 6: skutečná napětí při zvlákňování z válce na nosnou textilií spunbond.

V tab. 7 jsou uvedeny hodnoty napětí při zvlákňování na papír a můžeme z ní vyčíst, že při 30% relativní vlhkosti se muselo napětí velmi zvýšit, protože při počátečních napětích nedocházelo ke zvlákňování. Ve vzdálenosti 95 mm při 20% vlhkosti se muselo snížit napětí, protože docházelo k přetížení. Ze všech vyrobených nanovláknenných vrstev na papír bylo možné udělat snímky z elektronového mikroskopu, popsáném v kapitole 2.6.1.

Váleček	relativní vlhkost			
	RH = 50[%]	RH = 40 [%]	RH = 30[%]	RH = 20[%]
l = 95 mm	49 [kV]	50 [kV]	55 [kV]	43 [kV]
l = 75 mm	39 [kV]	42,8 [kV]	46 [kV]	40 [kV]
l = 55 mm	31 [kV]	32 [kV]	38 [kV]	33 [kV]

Tab. 7: skutečná napětí při zvláknění z válce na černý papír.

3.2 MĚŘENÍ PRŮMĚRŮ VLÁKEN OBRAZOVOU ANALÝZOU

Obrazová analýza je jedna z nejmodernějších stereologických metod hodnocení struktur nanovláknenných vrstev. Měření proběhlo pomocí programu NIS- Elements, popsaného v kapitole 2.6.2 a použité snímky byly pořízeny na elektronovém mikroskopu, viz kapitola 2.6.1. Pro hodnocení průměru vláknenných vrstev vyrobených zvlákněním z válce a jehly byly použity hlavně snímky při zvětšení 5000x. U zvláknění z hrotu byly použity hlavně snímky při zvětšení 2000x.

Po zapnutí programu NIS- Elements a vybrání vhodného obrázku bylo nejprve nutné provést kalibraci, kde označíme začátek a konec měřítka daného elektronovým mikroskopem. Ta poté přiřadí programu reálný rozměr v rozsahu nanometrů [nm]. Kliknutím na tlačítko měření otevřeme okno, ve kterém poté vybereme měření délky. Šipka, se tím změní na křížek, kterým kolmo ohraničíme průměry daného vlákna. Takto bylo přeměřeno 40 vláken z každého vzorku zvlákněného jak na černý papír, tak na nosnou textilií spunbond a statistické průměry byly zapsány do tabulky, viz příloha 1.

3.3 MĚŘENÍ ANIZOTROPIE VLÁKENNÝCH SYSTÉMŮ

Zdá se, že se nanovláknna při zvláknění na černý papír nebo nosnou textilií ukládají nahodile, při prozkoumání ovšem můžeme stereologickou metodou určit, v jakém směru se vlákna orientují. Pro vhodné znázornění byla použita ruční stereologická metoda pro zjištění anizotropie vláknenné vrstvy. Pomocí Steinerova kompaktu se sestrojí směrová růžice, nebo také texturní funkce. Ta nám grafický znázorní orientaci vláken. Nejprve se musela vytvořit na průhlednou folii síť úhlů v rozmezí 0° (180°), 45° (225°), 90° (270°), 135° (315°) se stejně dlouhými rameny. Poté se zapisují průsečíky sítě se zkoumaným vláknem. Hodnocení probíhalo pouze na kvalitních snímcích a to na pěti náhodných místech, z nichž se udělal statistický průměr, který se zapsal do tabulky. Ze získaných statistických průměrů se sestrojila průsečíková růžice, tak že se průměry vynesou do polárního diagramu vždy s pootočením o 90°. V koncových bodech

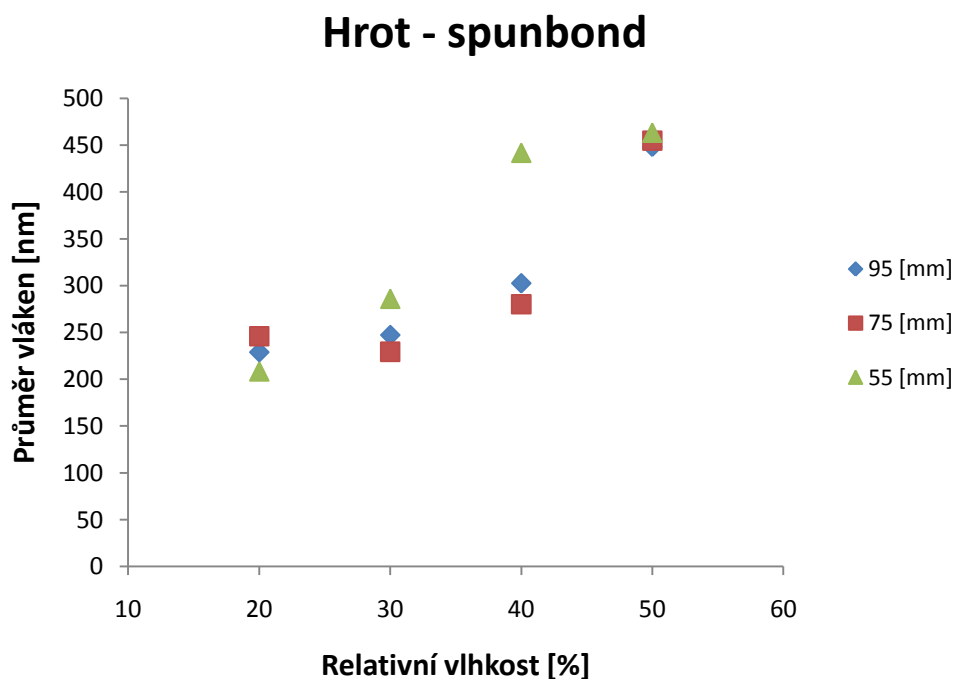
průsečíkové růžice se vynesou kolmice, které vymezi středově symetrický mnohoúhelník. Takto získaný mnohoúhelník se nazývá Steinerův kompak. Vzdálenosti vrcholů mnohoúhelníku se přenesou v souhlasném směru se Steinerovým kompaktem do nové sítě úhlů. V té se každé úhlové rozmezí rozdělí na polovinu a spojí křivkami, tím vznikne texturní funkce, nazývaná směrová růžice. Grafická znázornění Steinerova kompaktu a směrové růžice jsou uvedeny s vybranými snímky a průměrnými hodnotami v příloze 2. Pro konstrukci růžice jsem zvolil vhodná měřítka.

3.4 ELEKTROSTATICKÉ ZVLÁKŇOVÁNÍ Z HROTU

Elektrostatické zvlákňování z hrotu, proběhlo na stroji popsáném v kapitole 2.6.4, podle podmínek uvedených v kapitole 3.1.1. Byl zvlákňován 15 [hmot. %] polymerní roztok polyuretanu Larithane v dimetylformamidu.

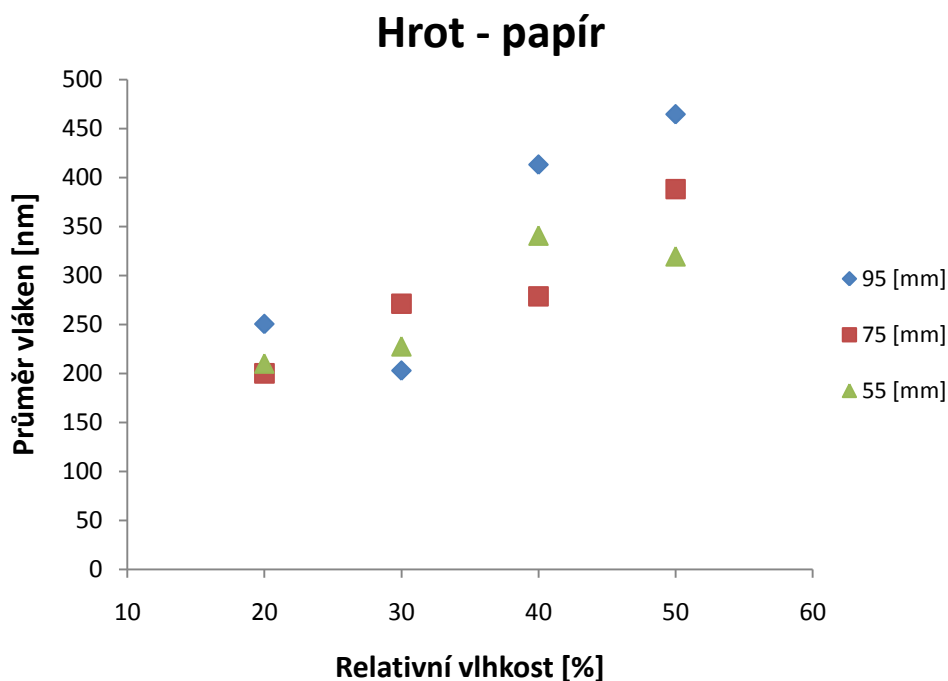
3.4.1 Vliv relativní vlhkosti na průměry vláken

Elektrostatické zvlákňování probíhalo za konstantní teploty 22 ± 1 [°C]. V průběhu byla měněna relativní vlhkost v komoře na hodnoty 20, 30, 40, 50 [%]. Dále byla měněna vzdálenost elektrod, která byla stanovena na 55, 75, 95 [mm]. Vzniklá nanovlákná se ukládala na černý papír a nosnou textilií spunbond s antistatickou úpravou.



Graf 1: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z hrotu na nosnou textilií spunbond.

Graf 1 ukazuje závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při zvlákňování na spunbond a je patrné, že tyto hodnoty ovlivňuje. Z grafu můžeme vyčíst, že nejmenší průměrná hodnota průměru mají vlákna vyrobená při 20% relativní vlhkosti a se stoupající vlhkostí rostou. Nejmenší průměrný průměr měla vlákna vyrobená při 20% relativní vlhkosti a vzdálenosti 55 mm. Jejich rozmezí bylo od 107 - 333 nm. Největší naměřená průměrná hodnota vláken byla zaznamenána při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 55 mm a jeho hodnota byla 463 nm. Změna vzdálenosti elektrody od kolektoru neměla velký vliv na průměry vláken, jen u 40% relativní vlhkosti byla při vzdálenosti 55 mm naměřena větší odchylka v průměrné hodnoty průměru vláken. Průměry nanovláken vyrobených při 50% relativní vlhkosti jsou skoro totožné při všech třech vzdálenostech elektrod.



Graf 2: Závislost průměru vláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z hrotu na černý papír.

Na grafu 2 můžeme vidět závislost průměru na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování na černý papír. Z grafu 2 jasně vyplývá, že měnící se relativní vlhkost ovlivňuje průměry naměřených průměrů vláken, tak jako u zvlákňování na nosnou textilií spunbond. Průměry vláken se pohybovaly v rozmezí od 111 nm, které byly vyrobeny při 20% relativní vlhkosti a vzdálenosti elektrod 75 mm, až po ty vyrobené při 50% relativní vlhkosti a vzdálenosti 95 mm, které měly průměr

704 nm. Z grafu je zřejmé, že při vzrůstající relativní vlhkosti rostou průměry vláken. Na průměr vláken při 20, 30% relativní vlhkosti měla měřená vzdálenost elektrody od kolektoru menší vliv a při vzdálenosti 95 mm byl tento rozdíl necelých 50 nm. U 20% relativní vlhkosti byly ve vzdálenosti 55 a 75 mm naměřeny skoro stejné průměry vláken. Při 40 a 50% relativní vlhkosti už byla změna vzdálenosti znát o něco více. Mezi jednotlivými vzdálenostmi byly rozdíly řádově 100 nm. U obou těchto vlhkostí měly největší průměr vlákna vyrobená ve vzdálenosti 95 mm.

3.4.2 Zhodnocení vlivu relativní vlhkosti na průměry vláken zvlákněných z hrotu

Při zvláknování z hrotu se musela při 20% relativní vlhkosti v komoře snižovat počáteční napětí, protože při nich docházelo k přetížení. Totéž se muselo provést i ve vzdálenosti elektrod 95 mm při 30 a 40% relativní vlhkosti. Ve vzdálenosti elektrod 55 mm při 30 a 40% relativní vlhkosti se muselo napětí naopak zvýšit, protože při počátečním napětí zvláknování nezapočalo. Průměrné hodnoty průměrů nanovláken byly v rozmezí 208 – 463 nm u vláken zvlákněných na spunbond a 200 – 464 nm zvlákněných na černý papír.

Nejmenší průměry mají vlákna vyrobená při 20% relativní vlhkosti v komoře a se vzrůstající relativní vlhkostí rostou. Relativní vlhkost tedy ovlivňuje průměry nanovláken.

Graf 1 ukazuje závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti u vláken zvlákněných na nosnou textilií spunbond. Nejmenší naměřená průměrná hodnota průměrů 208 nm byla u vláken vyrobených při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 55 mm. Poté průměrná hodnota stoupala. Jedinou výjimku tvoří vlákna vyrobená ve vzdálenosti 75 mm, kde průměrná hodnota při 30% vlhkosti klesla na 229 nm a vzrůstala až při 40 a 50% relativní vlhkosti na konečných 454 nm. Největší naměřený průměr vláken byl při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 55 mm.

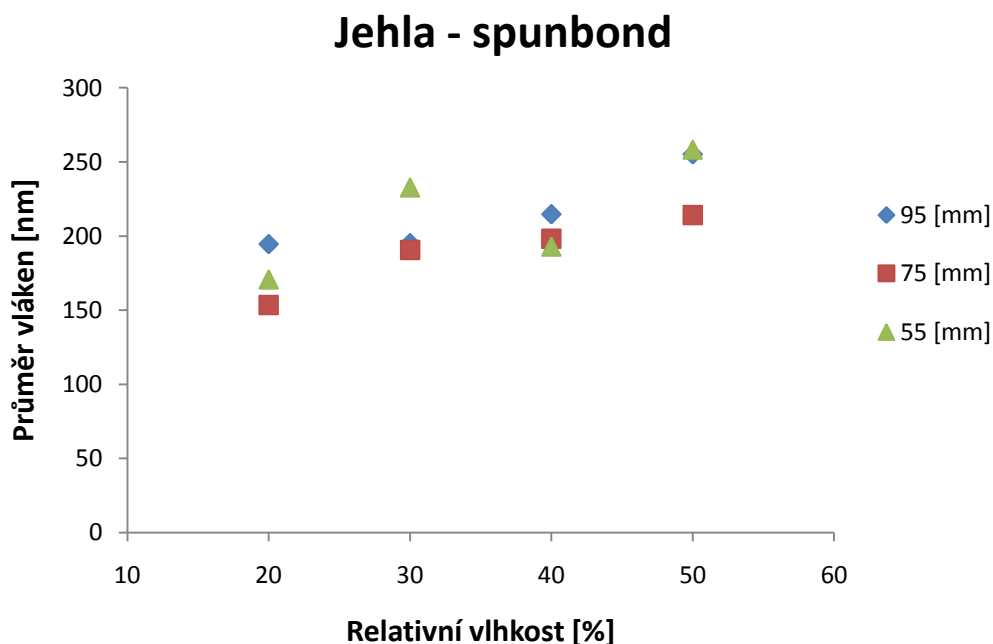
Graf 2 ukazuje závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti u vláken vyrobených na černý papír. Nejmenší naměřená průměrná hodnota 200 nm je u nanovláken zvlákněných při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 75 mm. Největší naměřená průměrná hodnota je u vláken zvlákněných při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti 95 mm, jejíž hodnota je 464 nm.

3.5 ELEKTROSTATICKÉ ZVLÁKŇOVÁNÍ Z JEHLY

Elektrostatické zvlákňování z hrotu bylo provedeno na stroji popsaném v kapitole 2.6.5 a byl zvlákňován 15 hmot. % polymerní roztok polyuretanu připraveného podle návodu v kapitole 2.7.1. Byly dodrženy podmínky výroby blíže popsány v kapitole 3.1.2.

3.5.1 Vliv relativní vlhkosti na průměry vláken

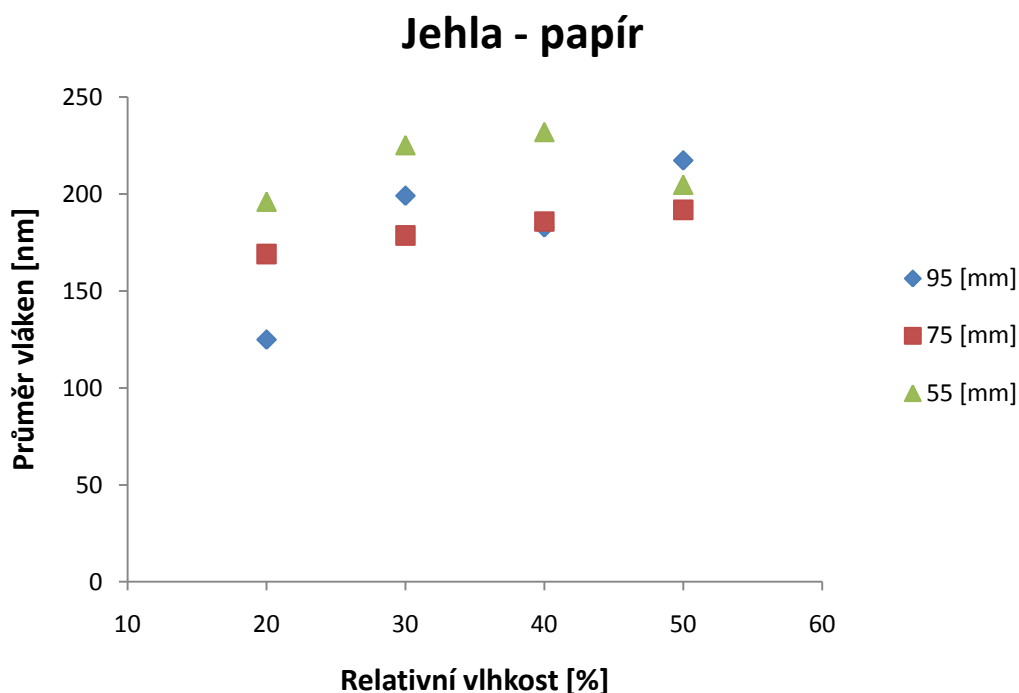
V průběhu celého zvlákňování byla nastavena teplota 22 ± 1 [°C]. Zvlákňovalo se na černý papír a nosnou textilií s antistatickou úpravou ve třech různých vzdálenostech 55, 75, 95 [mm] elektrody od kolektoru. Dále byly měněny relativní vlhkosti ve zvlákňovací komoře na 20, 30, 40, 50 [%].



Graf 3: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z jehly na nosnou textilií spunbond.

V grafu 3 je znázorněna závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti u vláken vyrobených na nosnou textilií spunbond. Je patrné, že relativní vlhkost má vliv na průměry vláken, ale ne takový jako u ostatních použitých způsobů zvlákňování. S rostoucí relativní vlhkostí v komoře vzrůstají i průměrné hodnoty průměrů vláken avšak v rozsahu pouze 100 nm. Nejmenší naměřená průměrná hodnota průměru měli vlákna vyrobená při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 75 mm a jeho hodnota byla 153 nm. Největší naměřená průměrná hodnota průměrů 258 nm měla vlákna vyrobená při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 95 mm. Rozdíl průměrů naměřených vláken

vyrobených při 40% relativní vlhkosti bylo mezi vzdáleností 55 mm a vzdáleností 95 mm pouhých 21 nm. Největší průměry měly vlákenné vrstvy vyrobené při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 55 a 95 mm. Změna vzdálenosti elektrody od kolektoru neměla velký vliv na průměry vláken. Největší rozdíly v průměrech byly u vláken vyrobených ve vzdálenosti 55 mm při relativní vlhkosti 30 a 50%, dále ve vzdálenosti 95 mm při relativní vlhkosti 20 a 50% v komoře.



Graf 4: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z jehly na černý papír.

Na grafu 4 je zobrazena závislost průměru vláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování na černý papír. Nejmenší naměřený průměr vlákna byl při 20% relativní vlhkosti a vzdálenosti 95 mm. Jeho hodnota byla 74 nm. Největší průměr vlákna byl naměřen při 40% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 55 mm, jehož hodnota je 495 nm. Rozsah mezi statistickými průměry vláken je jen 94 nm. S rostoucí relativní vlhkostí, rostou i průměry vláken. Největší průměrné naměřené hodnoty průměrů vláken mají ta, vyrobená ve vzdálenosti 55 mm při relativní vlhkosti 20, 30, 40 %. Při 40 % relativní vlhkosti mají skoro stejné průměry vlákna vyrobená ve vzdálenosti 75, 95 mm. Vzdálenost elektrody od kolektoru měla nejmenší vliv na elektrostatické zvlákňování při 50 % relativní vlhkosti v komoře a rozdíl průměrů činí 26 nm. Při 20 %

relativní vlhkosti byl rozdíl ve vzdálenosti nejvíce patrný. Rozdíl mezi průměry průměrů vláken byl 72 nm.

3.5.2 Zhodnocení vlivu relativní vlhkosti na průměry vláken zvlákněných z jehly

Při zvláknění z hrotu nám podařilo jak na nosnou textilií i černý papír vyrobit nanovláknennou strukturu při počátečních napětích. Pouze při 20 a 30% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 55 mm nám zvláknovací proces započal až po 4 s. Průměrná hodnota průměrů nanovláken byla v rozmezí 153 – 258 nm u vláken zvlákněných na spunbond a v rozmezí 124 – 231 nm zvlákněných na černý papír.

Ve vyšších relativních vlhkostech byly naměřeny větší průměry vláken. Se vzrůstající relativní vlhkostí v komoře stoupají i průměrné naměřené průměry vláken. Relativní vlhkost tedy ovlivňuje průměry vláken.

Graf 3 ukazuje závislost průměru vláken na relativní vlhkosti u vláken vyrobených na spunbond. Nejmenší naměřená průměrná hodnota průměru vláken 153 nm byla u vláken vyrobených při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti 75 mm. Největší průměrná hodnota 258 nm byla u vláken vyrobených při relativní vlhkosti 50% ve vzdálenosti elektrod 55 mm. U všech vláken se vzrůstající vlhkostí stoupají průměry vláken, pouze u 40% relativní vlhkosti a vzdálenosti 55 mm je zaznamenán menší pokles v průměru.

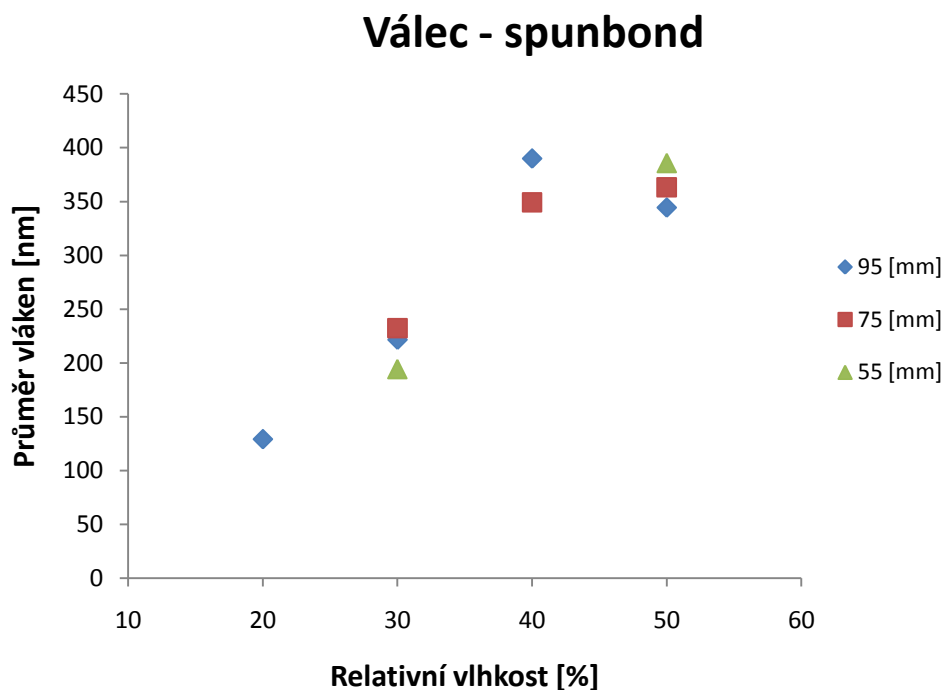
Graf 4 ukazuje závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti u vláken vyrobených na černý papír. Nejmenší naměřený průměr je u vláken vyrobených při 20% relativní vlhkosti, vzdálenosti elektrod 95 mm. Jeho hodnota je 124 nm. Největší naměřená průměrná hodnota průměru vláken 231 nm byla naměřena při 40% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 55 mm. Ve vzdálenosti elektrod 55 mm při 50% relativní vlhkosti v komoře byl naměřen mírný pokles na 204 nm. Nejmenší vliv měla měnící se vlhkost na průměry vláken vyrobených ve vzdálenosti 75 mm, kde jsou vlákna vyrobená v rozmezí 169 – 191 nm.

3.6 ELEKTROSTATICKÉ ZVLÁKNOVÁNÍ VÁLCE - „Nanospider“

Elektrostatické zvláknování z válce probíhalo na zařízení popsaném v kapitole 2.6.6. Byl zvláknován 15 hmot. % polymerní roztok polyuretanu s obchodním názvem Laritane. Zvláknování probíhalo za podmínek popsaných v kapitole 3.1.3.

3.6.1 Vliv relativní vlhkosti na průměry vláken

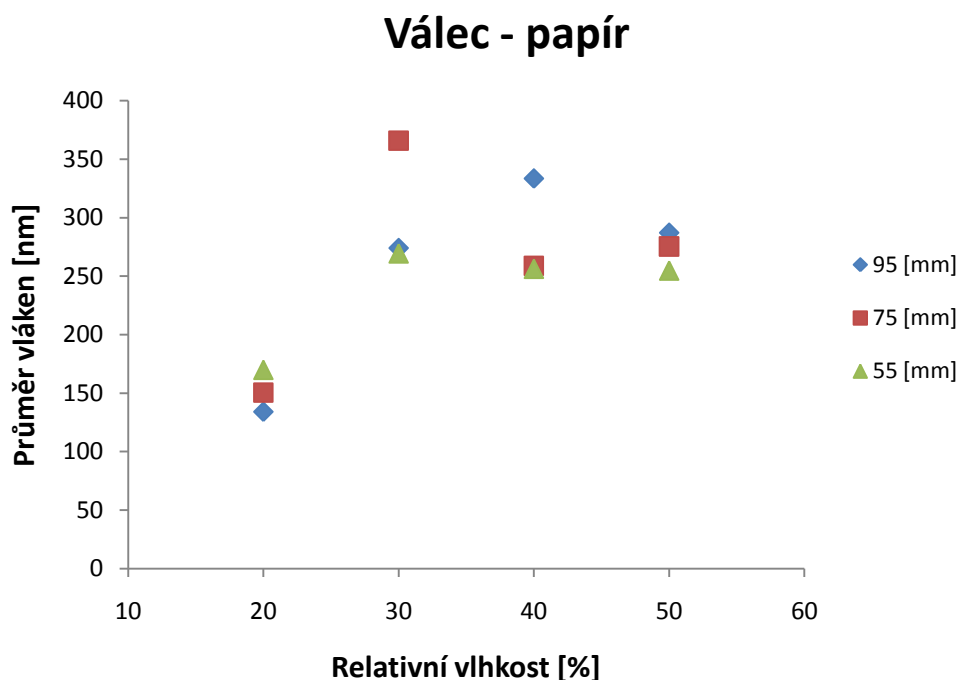
V průběhu celého procesu elektrostatického zvlákňování byla nastavena teplota v komoře na 22 ± 1 [°C]. Byla měněna vzdálenost elektrody od kolektoru na 55, 65, 75 [mm]. Dále byla měněna relativní vlhkost v komoře na 20, 30, 40, 50 [%].



Graf 5: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z válce na nosnou textilií spunbond.

Graf 5 ukazuje závislost průměru vláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování na nosnou textilií spunbond. Bohužel se nám nepodařilo při 40 % relativní vlhkosti v komoře a vzdálenosti elektrody 55 mm vyrobit vláknennou vrstvu. Ze vzorků vyrobených při 20 % relativní vlhkosti se nám podařilo na elektronovém mikroskopu popsaném v kapitole 2.6.1 udělat snímky pouze z nanovláknenné vrstvy vyrobené ve vzdálenosti elektrody 95 mm. Je patrné, že relativní vlhkost má vliv na průměry vláken. Se stoupající relativní vlhkostí v komoře stoupají i průměrné hodnoty naměřených průměrů vláken. Nejmenší průměr měla vlákna vyrobená při 20 % relativní vlhkosti a vzdálenosti 95 mm, jejíž hodnota je 129 nm. Největší průměrná hodnota průměrů byla 389 nm a měla ho vlákna elektrostaticky zvlákněná při 40 % relativní vlhkosti v komoře a vzdálenosti elektrod 95 mm. Vzdálenost elektrody od kolektoru neměla velký vliv na průměry vláken. Při 40 a 50 %

relativní vlhkosti měla vlákna relativně podobný průměr. Rozsah od nejmenší průměrné hodnoty průměrů vláken po ten největší je 260 nm.



Graf 6: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z válce na černý papír.

V grafu 6 je zachycena závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování na černý papír. Z grafu můžeme vyčíst, že nejmenší průměr průměrů vláken byl naměřen při 20% relativní vlhkosti v komoře. Je patrné, že při stoupající relativní vlhkosti stoupají průměry vláken a změna relativní vlhkosti v komoře má vliv na elektrostatické zvlákňování z válce. U 30% relativní vlhkosti je růst nejvíce patrný, poté se však u 40 a 50% relativní vlhkosti průměry příliš neliší. Nejmenší naměřená průměrná hodnota průměrů vláken byla 134 nm u vláken vyrobených v klimatizované komoře při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 95 mm. Největší naměřený průměr průměrů byl u vláken zvlákněných při 30% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 75 mm a jeho hodnota je 365 nm. Změna vzdálenosti měla nejmenší vliv na průměry vláken vyrobených při 20% relativní vlhkosti, rozdíl mezi průměry průměrů vláken byl 35 nm. Největší vliv na průměry vláken měla vzdálenost elektrody od kolektoru při 30% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 75 mm a při 40% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 95 mm.

3.6.2 Zhodnocení vlivu relativní vlhkosti na průměry vláken zvlákněných z válce

V průběhu procesu při zvláknování na spunbond se nám nepodařilo vyrobit nanovláknennou vrstvu při 40% relativní vlhkosti a vzdálenosti 55 mm ani při zvýšení napětí. Při 30% relativní vlhkosti bylo při zvláknování na spunbond i černý papír nutno zvýšit výrazně počáteční napětí, aby započal zvláknovací proces. Průměrná hodnota průměrů nanovláken byla v rozmezí 129 - 389 nm u vláken zvlákněných na spunbond a v rozmezí 134 – 333 nm zvlákněných na černý papír.

Se zvyšující relativní vlhkostí stoupají i průměry vláken vyrobených na nosnou textilií spunbond. U vláken zvlákněných na černý papír byla nejmenší průměrná hodnota naměřena při 20% relativní vlhkosti. Mezi 30, 40, 50% relativní vlhkostí byly v průměrech malé rozdíly. Relativní vlhkost tedy ovlivňuje průměry vláken tak, že se vzrůstající vlhkostí, stoupají i průměry vláken.

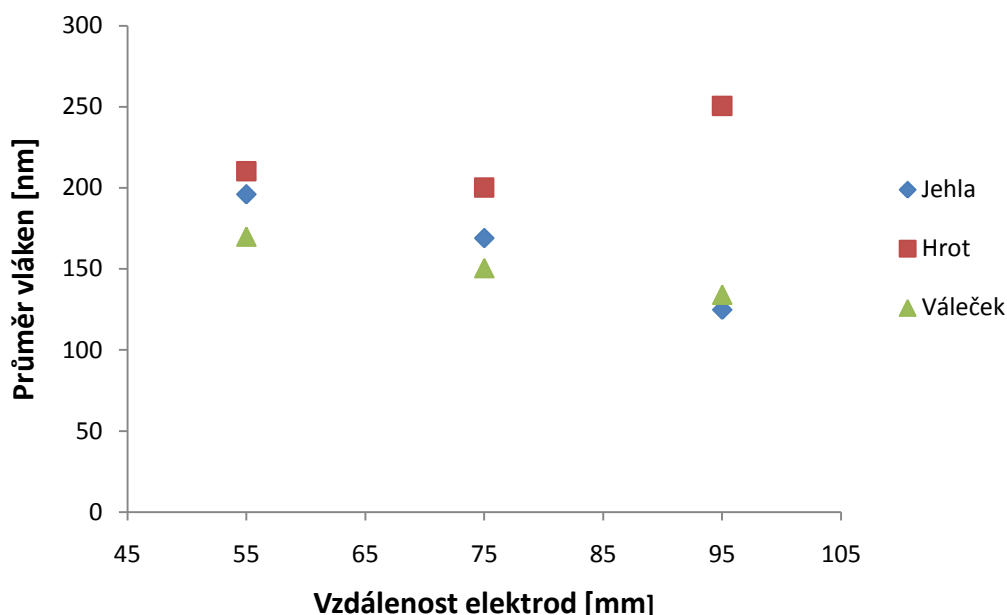
Graf 5 ukazuje závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti u vláken vyrobených na spunbond. Nejmenší naměřená průměrná hodnota průměrů vláken je 129 nm zvlákněných při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 95 mm. Největší naměřená průměrná hodnota je 389 nm u vláken zvlákněných při 40% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 95 mm.

Graf 6 ukazuje závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti u vláken vyrobených na černý papír. Nejmenší naměřená průměrná hodnota průměrů vláken je 134 nm, byla zvlákněná při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 95 mm. Největší průměrná hodnota 365 nm byla u vláken vyrobených při relativní vlhkosti 30% ve vzdálenosti elektrod 75 mm. Ostatní naměřené průměry při 30 % relativní vlhkosti se od těch naměřených při 40 a 50% relativní vlhkosti příliš neliší.

3.7 VLIV VZDÁLENOSTI ELEKTROD NA PRŮMĚR VLÁKEN PŘI RUZNÝCH RELATIVNÍCH VLHKOSTECH

Během zvláknovacích procesů byla měněna vzdálenost elektrody od kolektoru na 55, 75, 95 [mm]. Zvláknování probíhalo na zařízeních pro elektrostatické zvláknování z jehly, hrotu a válce. Vzniklé nanovrstvy se ukládaly černý papír a nosnou textilií spunbond s antistatickou úpravou. Během procesu byly měněny relativní vlhkosti v komoře na 20, 30, 40, 50 [%] za konstantní teploty 22 ± 1 [°C]. Parametry procesů elektrostatického zvláknování můžeme vidět popsáné v kapitole 3.1.

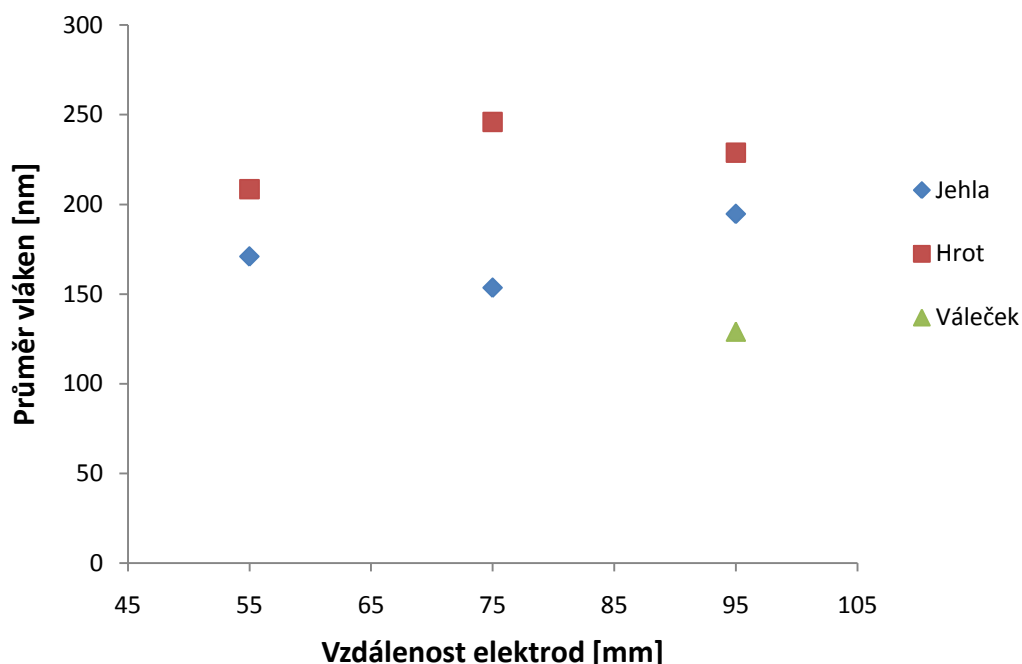
20% relativní vlhkost - papír



Graf 7: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na černý papír při 20% relativní vlhkosti v komoře.

Graf 7 popisuje závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním z jehly, hrotu a válce na černý papír při 20% relativní vlhkosti v komoře. Z grafu je patrné, že při této vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 55 a 75 mm nejsou rozdíly mezi průměry průměrů vláken zvlákněných na černý papír velké, zhruba 60 nm. Největší rozdíl v průměru byl zaznamenán u vláken zvlákněných z hrotu ve vzdálenosti 95 mm, u nichž byl také naměřen největší průměr vlákna, který má hodnotu 362 nm. Nejmenší naměřený průměr vlákna byl u elektrostaticky zvlákněného z jehly ve vzdálenosti 95 mm elektrody od kolektoru a jeho hodnota je 75 nm. Z grafu je vidět, že se vzrůstající vzdáleností klesá naměřený průměr vláken zvlákněných z jehly a válce. U vláken zvlákněných z hrotu je tato tendence pouze do vzdálenosti 75 mm. Ve vzdálenosti 95 mm elektrody od kolektoru, průměrná hodnota naměřeného průměru vzrostla na 250 nm. Je patrné, že vzdálenost ovlivňuje průměr nanovláken.

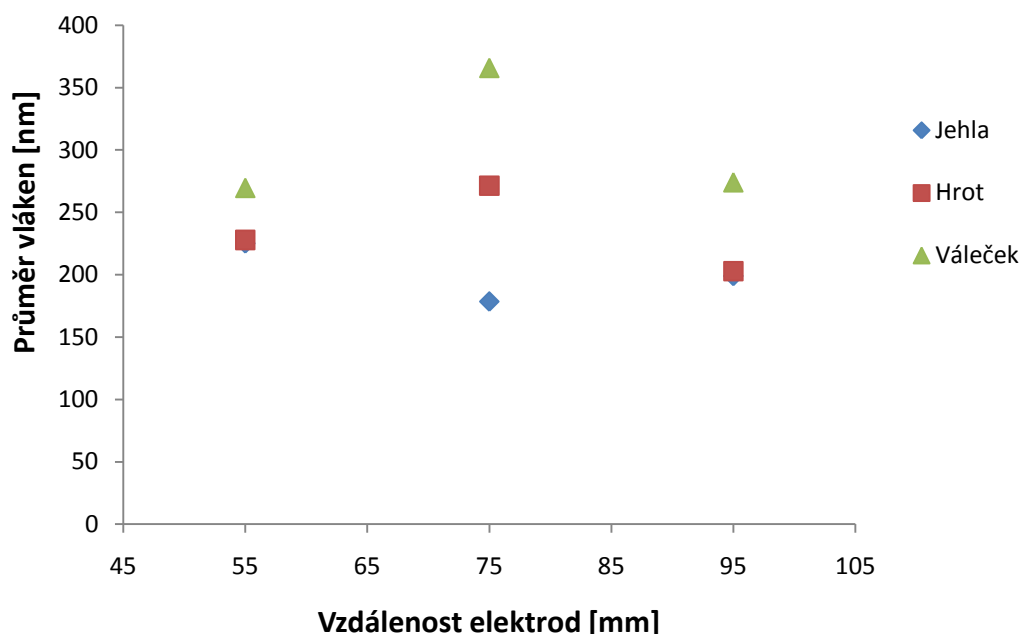
20% relativní vlhkost - spunbond



Graf 8: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na spunbond při 20% relativní vlhkosti v komoře.

V grafu 8 můžeme vidět závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním z hrotu, jehly a válečku na nosnou textilií spunbond s antistatickou úpravou při 20% relativní vlhkosti v komoře. Ze vzorků zvlákněných z válečku se nám podařilo udělat snímky pouze ve vzdálenosti elektrod 95 mm. Nejmenší naměřený průměr mělo vlákno elektrostaticky zvlákněné z válečku ve vzdálenosti 95 mm a jeho hodnota byla 75 nm. Největší naměřený průměr mělo vlákno zvlákněné z hrotu ve vzdálenosti 95 mm a jeho hodnota byla 428 nm. U vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním z jehly a hrotu jsou rozdíly při změně vzdálenosti zhruba pouze 40 nm. Můžeme tedy konstatovat, že při této relativní vlhkosti v komoře a zvlákňování na nosnou textilií spunbond nemá změna vzdálenosti velký vliv na průměrnou naměřenou hodnotu průměrů vláken.

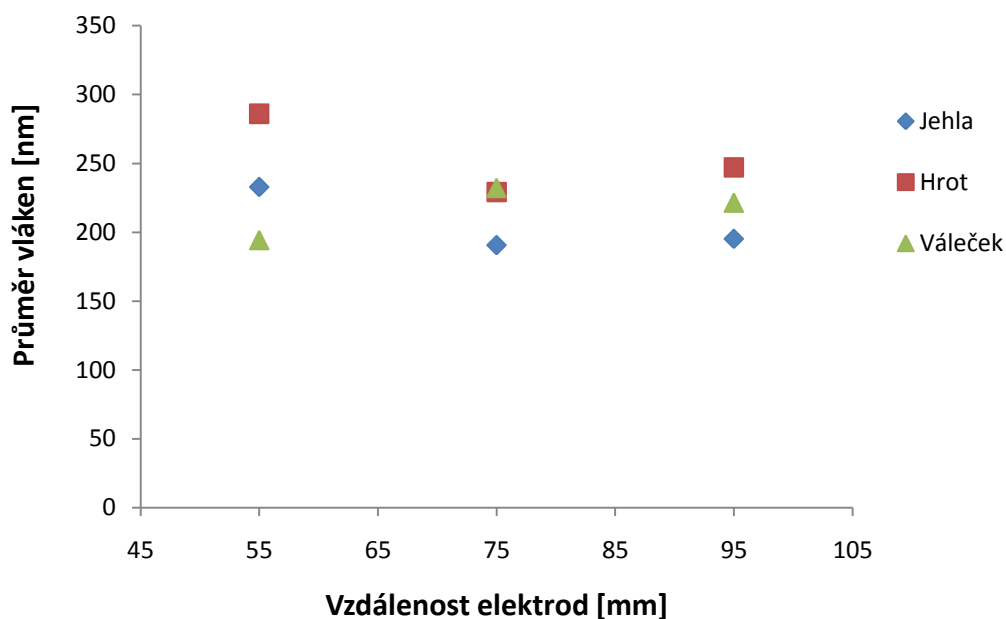
30% relativní vlhkost - papír



Graf 9: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na černý papír při 30% relativní vlhkosti v komoře.

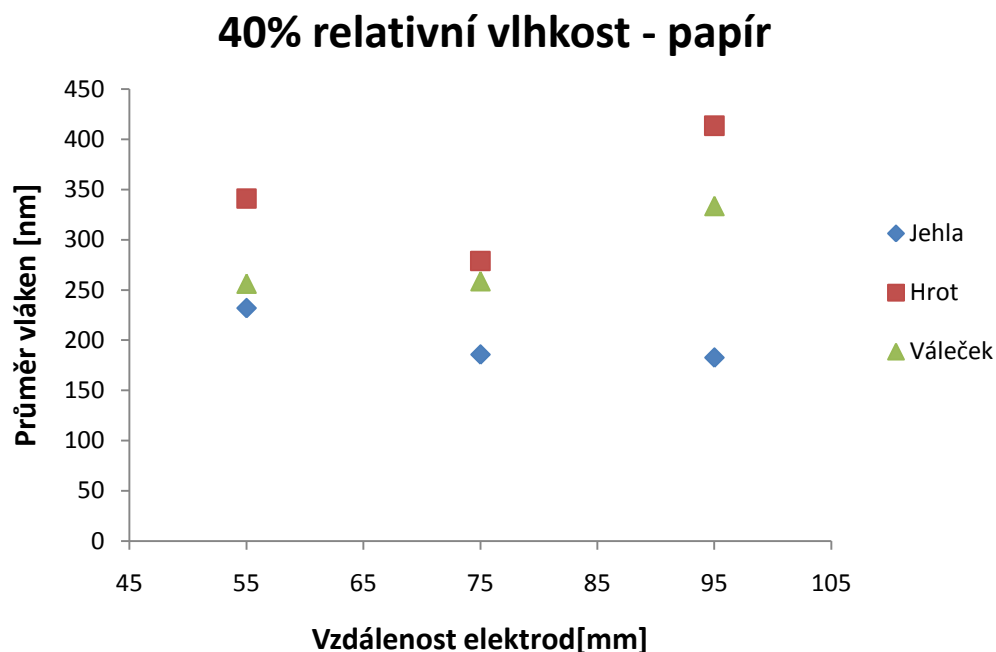
V grafu 9 je znázorněna závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním z hrotu, válečku a jehly na černý papír při 30% relativní vlhkosti v komoře zvlákňovacího zařízení. Zatímco ve vzdálenosti elektrod 55 a 95 mm nejsou rozdíly mezi průměry vláken velké, zhruba 80 nm ve vzdálenosti 75 mm jsou rozdíly mezi naměřenými průměry průměrů vláken největší, přesně 189 nm. Nejmenší průměrná hodnota průměru a současně nejmenší průměr vlákna byl naměřen u vlákna zvlákněného z jehly ve vzdálenosti 75 mm. Jeho hodnota byla 120 nm. Největší naměřená průměrná hodnota průměrů vláken byla 365 nm a jsou elektrostaticky zvlákněna z válečku ve vzdálenosti elektrod 75 mm. Z grafu je patrné, že vzdálenost od kolektoru měla největší vliv na změnu průměru vláken zvlákněných z válečku. Pouze u vzdálenosti 75 mm jsou větší rozdíly. U zvlákňování z jehly a hrotu vzrůstají průměry vláken do vzdálenosti elektrod 75 mm, po té nastává pokles průměrů vláken.

30% relativní vlhkost - spunbond



Graf 10: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na spunbond při 30% relativní vlhkosti v komoře.

Na grafu 10 je vidět závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním z jehly, hrotu a válce na nosnou textilií spunbond při 30% relativní vlhkosti v komoře. Z grafu můžeme vyčíst, že největší průměrné průměry vláken mají ta vyrobená ve vzdálenosti 55 mm. V této vzdálenosti byly také naměřeny největší rozdíly v průměrech. U zvlákňování z jehly a hrotu se stoupající vzdáleností elektrody od kolektoru, klesají průměry vláken. Ve vzdálenosti 75 a 95 mm měla skoro stejný průměr. Na vlákna zvlákněná z válce nemá změna vzdálenosti skoro žádný vliv. Rozdíl jejich naměřených průměrných hodnot vláken je pouhých 27 nm. Nejmenší naměřená hodnota průměru byla ve vzdálenosti 75 mm u vláken zvlákněných z jehly a jeho hodnota byla 191 nm. Největší naměřená průměrná hodnota průměrů vláken byla ve vzdálenosti 55 mm u vláken zvlákněných z hrotu a jeho hodnota byla 286 nm.

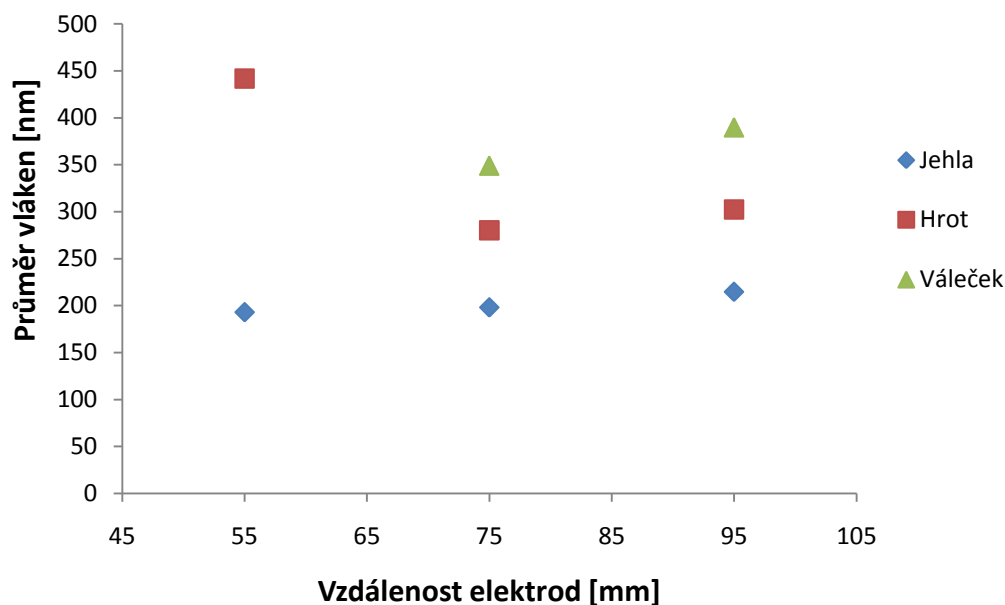


Graf 11: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na černý papír při 40% relativní vlhkosti v komoře.

Graf 11 ukazuje závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním z jehly, hrotu a válečku na černý papír při 40% relativní vlhkosti v komoře. Je patrné, že se vzrůstající vzdáleností elektrod klesají průměry vláken zvlákněných z jehly. Při elektrostatickém zvlákňování z válce mají vlákna ve vzdálenosti 55 a 75 mm stejné naměřené průměry vláken a ve vzdálenosti 95 mm stoupají. Nejmenší průměrná naměřená hodnota průměrů vláken byla u vláken zvlákněných z jehly ve vzdálenosti 95 mm a její hodnota byla 183 nm. Největší naměřená průměrná hodnota vláken byla ve vzdálenosti 95 mm a její hodnota byla 413 nm. Tato vlákna byla zvlákněna z hrotu.

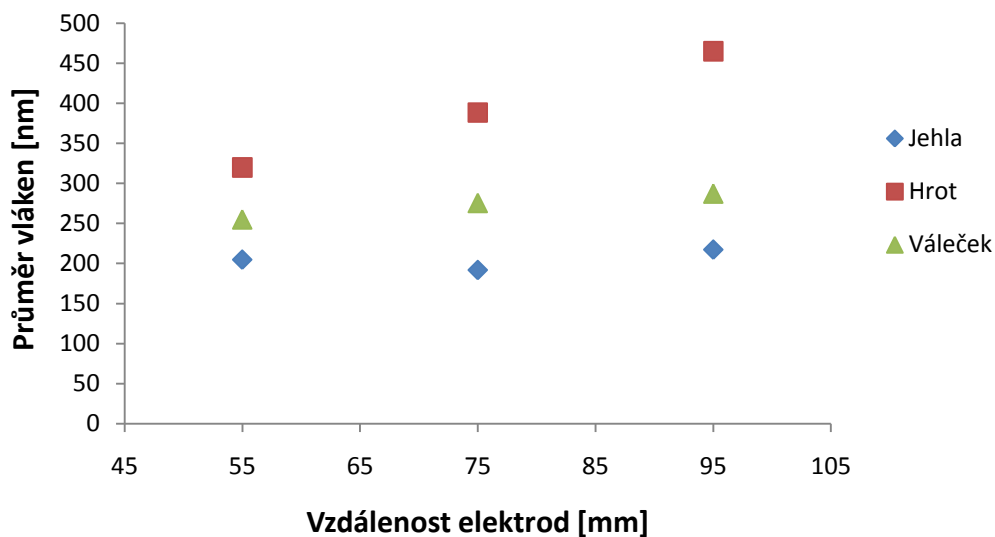
Na grafu 12 je vidět závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním z jehly, hrotu a válečku na nosnou textilií spunbond při 40 % relativní vlhkosti v komoře. Vlákna elektrostaticky zvlákněná z jehly měla ve vzdálenosti 55 mm nejmenší naměřený průměr vláken, jehož hodnota je 193 nm. Se stoupající vzdáleností se průměr vláken zvětšuje. To je patrné i u zvlákňování z válečku a hrotu, avšak zhruba o 30 až 40 nm. U elektrostatického zvlákňování z hrotu je ovšem naměřena ve vzdálenosti elektrod 55 mm největší průměrná hodnota průměrů vláken, jehož hodnota je 442 nm.

40% relativní vlhkost - spunbond



Graf 12: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na spunbond při 40% relativní vlhkosti v komoře.

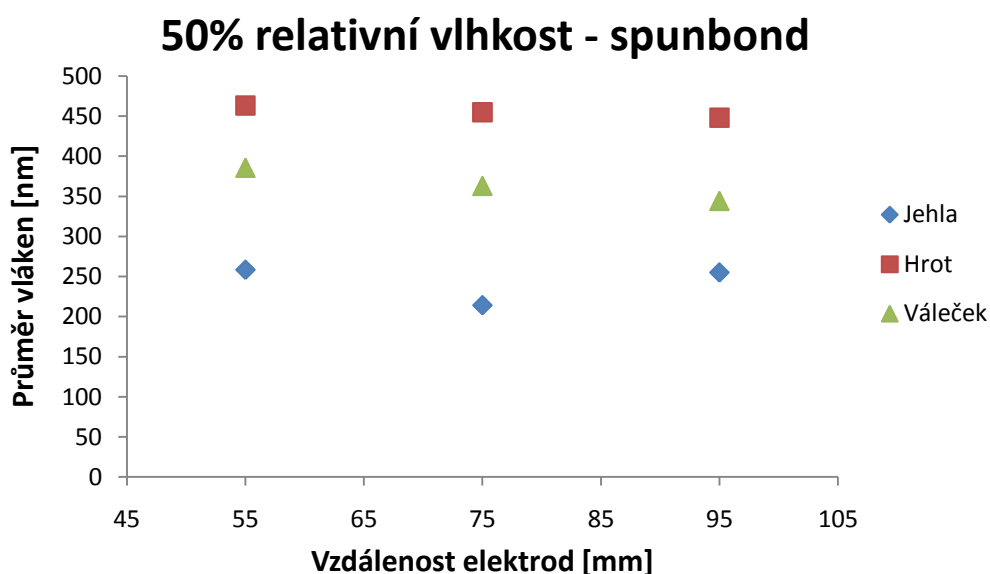
50% relativní vlhkost - papír



Graf 13: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na černý papír při 50% relativní vlhkosti v komoře.

V grafu 13 je vidět závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním z jehly, válce a hrotu na černý papír při 50 % relativní vlhkosti v komoře. Při elektrostatickém zvlákňování z hrotu se vzrůstající vzdáleností elektrody od kolektoru vzrůstají i naměřené průměrné hodnoty průměrů

vláken. Ve vzdálenosti 95 mm je to 465 nm a současně je to největší naměřená průměrná hodnota průměrů vláken zvlákněných z hrotu. Zvláknění z jehly a válce ovlivnila měřená vzdálenost minimálně. Ve vzdálenosti elektrod 75 mm byla naměřená nejnižší průměrná hodnota průměrů vláken, jejichž velikost byla 191 nm. Rozdíl mezi nejnižší a nejvyšší naměřenou průměrnou hodnotou průměru vláken zvlákněných z jehly bylo pouhých 26 nm. U zvláknění z válce je vidět, že se vzrůstající vzdáleností elektrody od kolektoru roste i naměřená průměrná hodnota vláken až do hodnoty 287 nm, která je ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



Graf 14: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákněním na spunbond při 50% relativní vlhkosti v komoře.

Na grafu 14 je patrná závislost vzdálenosti elektrody od kolektoru na průměrech vláken elektrostaticky zvlákněných z válce, hrotu a jehly na nosnou textilií spunbond při 50% relativní vlhkosti v komoře. Z grafu je zřejmé, že se stoupající vzdáleností elektrody od kolektoru klesají průměrné hodnoty naměřených průměrů vláken u všech tří způsobů zvláknění, pouze ve vzdálenosti 95 mm, vlákna zvlákněná z jehly měla mírný nárůst. Největší vliv měla měřená vzdálenost na průměry vláken vyrobených zvlákněním z válečku. Ve vzdálenosti 55 mm byl u této struktury naměřen průměr vláken 386 nm, poté klesl na 363 nm a dále ve vzdálenosti elektrod 95 mm na 344 nm. Největší naměřený průměr průměrů vláken měla vlákna zvlákněná z hrotu ve vzdálenosti elektrod 55 mm, jejíž hodnota byla 464 nm. Nejmenší naměřená průměrná hodnota průměrů vláken byla naměřena u vláken zvlákněných z jehly ve vzdálenosti 55 mm, jejíž hodnota byla 214 nm.

3.7.1 Zhodnocení vlivu vzdálenosti elektrod na průměr vláken při různých vlhkostech

V experimentu byl použit 15 hmot. % polymerní roztok polyuretanu. Během procesu byla měněna nejen relativní vlhkost v komoře, ale také vzdálenost elektrody od kolektoru na 55, 75 a 95 mm.

Z grafů 7 – 14 je patrné, že změna vzdálenosti elektrod, nemá velký vliv na průměry vláken. Zatímco u 20 a 30% relativní vlhkosti se vzrůstající vzdáleností elektrod, klesají průměry vláken, což může být způsobeno tím, že vlákno vykoná delší cestu ke kolektoru, během které se má čas vydloužit. U 40 a 50% vlhkosti jsou ovšem při změnách vzdáleností elektrod rozdíly mezi naměřenými průměrnými hodnotami průměrů minimální.

3.8 ZJIŠŤOVÁNÍ ANIZOTROPIE NANOVLÁKENNÝCH ÚTVARŮ

Pro zjištění anizotropie nanovláknenné struktury jsme použili ruční stereologickou metodu a pomocí Steinerova kompaktu jsme sestrojili směrovou růžici. Postup je popsán v kapitole 3.3. Znárodnuje přednostní orientaci vláken v nanovláknenné struktuře. Byla zkoumána anizotropie vláken elektrostaticky zvlákněných z jehly a válečku na černý papír a nosnou textilií spunbond.

3.8.1 Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod

Hodnocení směrových růžic probíhalo vždy na jednom druhu zvláknování při stejné relativní vlhkosti a různých vzdálenostech elektrod. Byla měněna relativní vlhkost ve zvláknovací komoře na 20, 30, 40, 50% a vzdálenost elektrod na 55, 75 a 95 mm. Zhodnocení anizotropie je uvedeno v tabulkách 8 - 11, kde symbol 0 ukazuje, že nedošlo k velké změně orientace vláken a symbol 1 označuje, že ke změně došlo. Symbol x značí, že se nepodařilo pořídít snímky z této vrstvy. V tabulce 8, můžeme vidět vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie při různých vzdálenostech elektrod u zvláknování z jehly na černý papír. Byla zjištěna změna orientace vláken při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 75 a 95 mm. Další změna nastala už při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti 55 mm. Změna anizotropie byla zaznamenána také při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 75 mm.

Relativní vlhkost [%]	Vzdálenost elektrod [mm]	Anizotropie
20	55	0
20	75	1
20	95	1
30	55	1
30	75	0
30	95	0
40	55	0
40	75	0
40	95	0
50	55	0
50	75	1
50	95	0

Tab. 8: Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u zvlákňování z jehly na černý papír

U zvlákňování z jehly na nosnou textilií spunbond nastala změna anizotropie při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm, 40% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 75 mm a při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 75 a 95 mm. Výsledky vidíme v tabulce 9.

Relativní vlhkost [%]	Vzdálenost elektrod [mm]	Anizotropie
20	55	0
20	75	0
20	95	0
30	55	1
30	75	0
30	95	0
40	55	0
40	75	1
40	95	0
50	55	0
50	75	1
50	95	1

Tab. 9: Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u zvlákňování z jehly na spunbond

U zvlákňování z válečku na černý papír nastala změna anizotropie při 30% relativní vlhkosti, vzdálenosti 55 a 95 mm, při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 55 mm.

Všechny změny anizotropie vláken zvlákněných válečku na černý papír jsou znázorněny v tabulce 10.

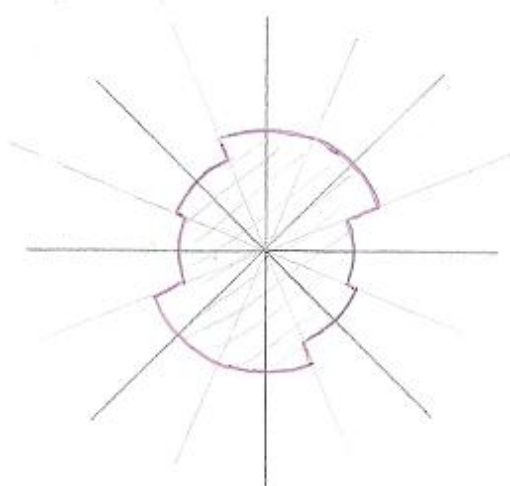
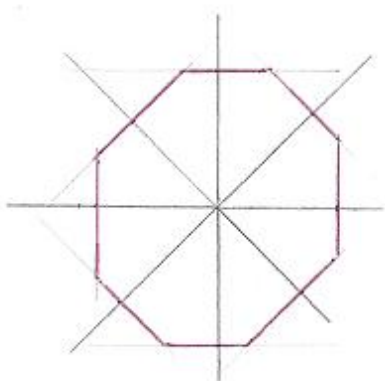
Relativní vlhkost [%]	Vzdálenost elektrod [mm]	Anizotropie
20	55	0
20	75	0
20	95	0
30	55	1
30	75	0
30	95	1
40	55	0
40	75	0
40	95	0
50	55	1
50	75	0
50	95	0

Tab. 10: Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u zvláknování z válce na černý papír

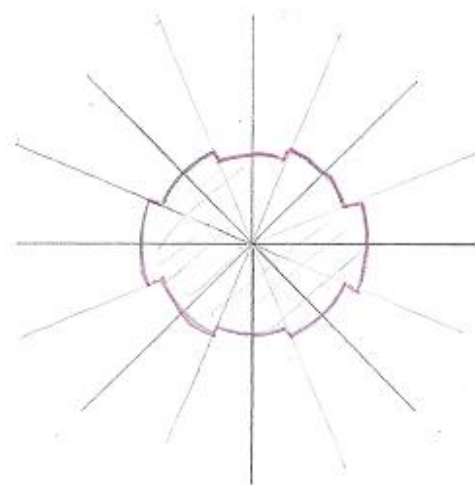
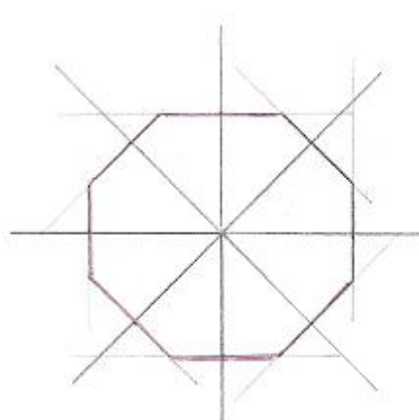
Při zvláknování z válečku spunbond se nám nepodařilo vytvořit vlákennou vrstvu při 40% relativní vlhkosti a vzdálenosti 55 mm. Ze vzorků při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 55 a 75 mm se nepodařilo udělat snímky. Změna anizotropie vláken nastala při 40% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 75 a 95 mm, viz tabulka 11.

Relativní vlhkost [%]	Vzdálenost elektrod [mm]	Anizotropie
20	55	x
20	75	x
20	95	0
30	55	0
30	75	0
30	95	0
40	55	x
40	75	1
40	95	1
50	55	0
50	75	0
50	95	0

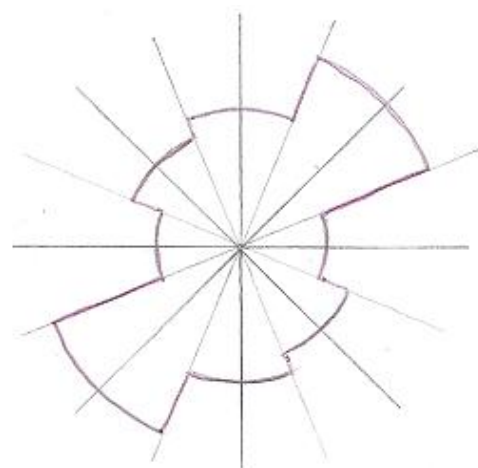
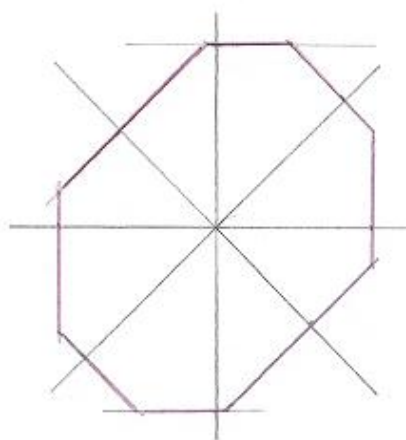
Tab. 11: Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u zvláknování z válce na spunbond



Obr. 28: Anizotropie vlákenné vrstvy zvlákněné z válečku na černý papír při 20 [%] relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 55 [mm].



Obr. 29: Anizotropie vlákenné vrstvy zvlákněné z válečku na černý papír při 20 [%] relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 95 [mm].



Obr. 30: Anizotropie vlákenné vrstvy zvlákněné z válečku na spunbond při 30 [%] relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 55 [mm].

3.8.2 Zhodnocení vlivu relativní vlhkosti na změnu anizotropie nanovláknenné struktury při různé vzdálenosti elektrod

Anizotropie nanovláknenné struktury je zajímavá metoda, pomocí které se sestrojí směrová růžice, která nám umožní zjistit, v jakém směru se vlákna orientují. Anizotropie nanovláknenné struktury se hodnotila u zvlákňování z jehly a válečku na černý papír a nosnou textilií spunbond při stejné relativní vlhkosti a různé vzdálenosti elektrod. Ze sestrojených směrových růžic můžeme vidět, že ve většině případů mají vlákna podobnou orientaci vláken. *Nejblíže se izotropní struktura přiblížila nanovláknenná struktura zvlákněná z válečku na černý papír při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55, který můžeme vidět na obrázku 28 a ve vzdálenosti 95 mm, na obrázku 29. Všechny ostatní vzorky potvrdily anizotropii vláken, jednu můžeme vidět na obrázku 30.* Všechny provedené anizotropie můžeme vidět v příloze 2.

U zvlákňování z jehly na černý papír, byla zjištěna změna anizotropie vláken při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 75 a 95 mm, při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti 55 mm a také při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 75 mm. U zvlákňování na nosnou textilií spunbond se ukázala změna anizotropie při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm, při 40% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 75 mm a při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 75 a 95 mm.

U zvlákňování z válečku na černý papír byla zaznamenána změna anizotropie vláken při 30% relativní vlhkosti, vzdálenosti 55 a 95 mm, při 50% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 55 mm. Při zvlákňování na spunbond byla zjištěna změna anizotropie nanovláknenné vrstvy při 40% relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 75 a 95 mm. Při 40% relativní vlhkosti a vzdálenosti 55 mm se nám bohužel nepodařilo vytvořit nanovláknennou vrstvu a při 20% relativní vlhkosti ve vzdálenosti 55 a 75 mm se nepodařilo udělat snímky.

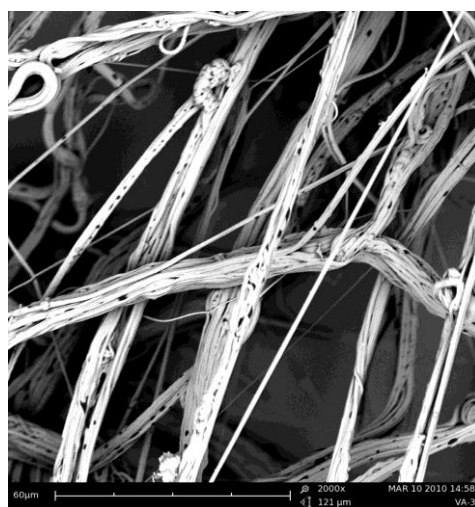
3.9 DEFEKTY VE VLÁKENNÉ VRSTVĚ

Během elektrostatického zvlákňování, zejména při nižších relativních vlhkostech v komoře, se nám ve vláknenné vrstvě vyskytly objekty, které se v nanovláknenné struktuře normálně nevyskytují. Jde o defekty, které mohou být způsobeny materiálovými i procesními podmínkami. Zatím není jasné, co nám tyto defekty

způsobuje, řešení je tedy otázkou dalších experimentů. Mnohdy můžeme tyto objekty vidět na okrajích zvlákněné vrstvy, kde neproběhlo zvláknění zcela optimálně. Na obrázku 31 (a) můžeme vidět smotek vláken, který vznikl elektrostatickým zvlákněním z válečku při 20% relativní vlhkosti. Na obrázku 31 (b) jsou vidět svazky vláken, které vznikly elektrostatickým zvlákněním z válečku při 20% relativní vlhkosti v komoře. Obrázek 33 nám při 10000x zvětšení názorně ukazuje rozdíl v průměru mezi nanovláknem a svazkem nanovláken. Tento snímek byl pořízen z vláken zvlákněných z válečku při 20% relativní vlhkosti v komoře.

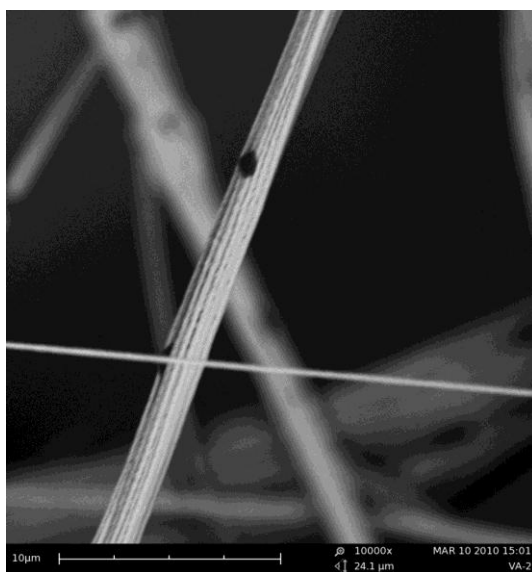


(a)



(b)

Obr. 31: Defekty ve vlákněné vrstvě. (a) smotek vláken, (b) svazky vláken.



Obr. 32: Nanovláknem v porovnání se svazkem nanovláken.

4 ZÁVĚR

Cílem práce bylo vyrobit a zhodnotit nanovláknennou strukturu z polymerního roztoku polyuretanu s obchodním názvem Larithane, elektrostatickým zvlákňováním z jehly, hrotu a válečku při různých vstupních parametrech výroby.

V teoretické části je uveden nejnovější vývoj a použití nanovláknenné struktury. Dále je v této části popsáno elektrostatické zvlákňování a parametry ovlivňující tento proces. Také jsou zde popsány některé stereologické metody pro zjišťování strukturních charakteristik.

V experimentální části je popsána výroba vláken elektrostatickým zvlákňováním z hrotu, jehly a válečku. Byly pořízeny snímky na elektronovém mikroskopu, ze kterých pomocí obrazové analýzy bylo provedeno měření. Byl hodnocen průběh zvlákňování a vlivy působící na průměry vláken nanovláknenné vrstvy. Dále bylo ruční stereologickou metodou provedeno měření anizotropie vyrobených nanovláknenných struktur.

Z koncentrace 15 hmot. % polyuretanu se vyrobily nanovláknenné vrstvy zvlákňováním z hrotu, jehly a válečku. V práci jsou zahrnuty vlivy relativní vlhkosti v komoře, vzdálenosti elektrod a napětí.

U vyrobené vláknenné vrstvy se hodnotily pomocí obrazové analýzy průměry vláken. Výsledky prokázaly vliv relativní vlhkosti ve zvlákňovací komoře na průměry vyrobených vláken. Z výsledků je zřejmé, že se zvyšující se relativní vlhkostí v komoře, stoupají i průměry vláken.

U změny vzdálenosti elektrod byly rozdíly v průměrných hodnotách průměrů nanovláken minimální. Malá vzdálenost snižovala dobu, za kterou se vlákna mohla vydloužit a větší vzdálenost zase způsobila pokles intenzity elektrického pole. Výsledky tedy potvrdily, že změna tohoto parametru nemá velký vliv na výsledné průměrné hodnoty průměrů vláken.

Ruční stereologickou metodou se dále hodnotila anizotropie vláknenné vrstvy zvlákněné z válečku a jehly. Pomocí konstrukce Steinerova kompaktu se sestrojila směrová růžice, která ukazuje přednostní orientaci vláken ve vláknenné struktuře. Nutno podotknout, že tato metoda není složitá, ale časově velice náročná. Toto hodnocení prokázalo, že procesní podmínky elektrostatického zvlákňování mají vliv na změnu anizotropie vláken ve vláknenné struktuře a že se vlákna při elektrostatickém zvlákňování neorientují chaoticky, ale v určitém směru.

Tato práce je jedna z prvních, která se v takové šíři zabývá tím, jak změna procesních parametrů (relativní vlhkost, vzdálenost elektrod) ovlivňuje nanovláknennou strukturu vyrobenou elektrostatickým zvlákňováním z jehly, hrotu a válečku. Výsledky v mé diplomové práci mohou přispět k optimalizaci výrobního procesu pro daný polymerní roztok. Doporučuji pokračovat v tomto výzkumu, snížením kroku při změně relativní vlhkosti, či změnou použitého polymeru a takto vyrobené nanovláknenné struktury zhodnotit, aby bylo možné přesněji určit, jaký mají vliv na vyrobenou nanovláknennou strukturu.

POUŽITÁ LITERATURA

- [1] Wikipedie, *Nanovlákn*o, [online]. [cit. 12-09-2010]. Dostupné na: <http://cs.wikipedia.org/wiki/Nanovl%C3%A1kno>
- [2] Ondarcuhu, T., Joachim, C.: Drawing a single nanofibre over hundreds of microns. *Europhys lett.* 1998.
- [3] Ma, P.X., Zhang, R.: Synthetic nano-scale fibrous extracellular matrix. *Biomedical mat. res.* 1999.
- [4] Martin, C.R.: Membrane-based synthesis of nanomaterials. *Chemical material.* 1996.
- [5] Růžicková, J.: *Elektrostatické zvlákňování nanovláken*: Technická univerzita v Liberci, 2006. 54 s. ISBN 80-7372-066-3.
- [6] Huang, Z. M.; Zhang, Y. Z., Kotaki, M.: A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites Science and Technology.* 2003.
- [7] Chun, I., Reneker, D. H., Fong, H., Fang, X. a kol.: Carbon nanofibers from polyacrylonitrile and mesophase pitch. *Journal of advanced materials.* 1999.
- [8] Košťáková, E.: *Textilní nanomateriály- úvod do textilních nanomateriálů*: Technická univerzita v Liberci [online]. [cit. 05-10-2010]. Dostupné na: https://skripta.ft.tul.cz/database/list_kat.cgi?kat=KNT&skr=183&pro=
- [9] Feneque, J.: Brief introduction to the veterinary application of nanotechnology. *The future of nanopharmaceuticals in veterinary medicine.* 2003
- [10] Jirsák, O., Kalinová, K., Lukáš, D.: Production of properties of polymeric nanofibres, In: NANO 03
- [11] Graham, S.: Smart silicone dust could play help green for chemical weapons. *Scientific American*, 2002.
- [12] Electrospinning used to create small blood vessels, *Future pundit january 01*, 2003. Dostupné na: <http://www.futurepundit.com/archives/000847.html#000847>

- [13] Jirsák, O., Lukáš, D., Martinová, L., Sanetrník, F., Chaloupek, J., Růžicková, J., Košťáková, E., Hruža, J., *Výroba a vlastnosti nanovláken* [online]. [cit.17.10.2010]. Dostupné na: https://skripta.ft.tul.cz/databaze/list_kat.cgi?kat=KNT&skr=103&pro=
- [14] Lukáš, D. *Stereologie textilních materiálů*. Technická univerzita v Liberci, 1999. 80 p. ISBN 80-7083-362-9.
- [15] Sodomka, L.: *Studium textury pavučiny, rouna a netkané textilie*, Textil, 1981.
- [16] Wikipedie, *Elektrické napětí*, [online]. [cit. 2-10-2010]. Dostupné na: http://cs.wikipedia.org/wiki/Elektrick%C3%A9_nap%C4%Bt%C3%AD
- [17] Chattanooga, Electrostatic spinning of Nanofibers spin Technologies, 2002.
- [18] Sanetrník, F., *Klimatizační zařízení*, 2006, Katedra netkaných textilií, Technická univerzita v Liberci.
- [19] Lukáš, D., Chaloupek, J., *Understanding of three dimensional structure of fibrous material using stereology*, 2007, Technická univerzita v Liberci.
- [20] Krebsová, M., *Nauka o polymerech*, 1979, VŠST Liberec.
- [21] Wikipedie, *Polyurethane*, [online], [cit. 13-11-2010]. Dostupné na: <http://en.wikipedia.org/wiki/Polyurethane>
- [22] Mit-uppatham, Nithitanakul, C., Supaphol M., 2004, Ultrafine Electrospun Polyamide-6 Fibers, Effect of Solution Conditions on Morphology and Average Fiber Diameter, *Macromol. Chem. Physic.*
- [23] Wikipedie, *Termodynamická teplota*, [online]. [cit. 05-11-2010]. Dostupné na: http://cs.wikipedia.org/wiki/Termodynamick%C3%A1_teploata
- [24] Wikipedie, *Dimethylformamid*, [online]. [cit. 13-11-2010]. Dostupné na: <http://en.wikipedia.org/wiki/Dimethylformamide>
- [25] Megelski, S, Stephens, J. S. Chase, D. B. and Rabolt, J. F., 1999, Micro and nanostructured surface morphology on electrospun polymer fibres.
- [26] Färberová, J., *Měření porozity nanovláknenných vrstev pomocí obrazové analýzy NIS-Elements*, 2009, Technická univerzita v Liberci.

[27] Wikipedie, *Vlhkost vzduchu*, [online]. [cit. 2-10-2010]. Dostupné na:
http://cs.wikipedia.org/wiki/Vlhkost_vzduchu

[28] Přístroj k měření teploty a relativní vlhkosti Omegaette HH311 [online].
[cit. 2.10.2010]. Dostupné na:
http://www.omegaeng.cz/ppt/pptsc.asp?ref=HH310_311&Nav=temhu02

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1: Nanovlákna v porovnání s lidským vlasem.....	13
Obr. 2: Umělá krevní céva.....	15
Obr. 3: Tvorba obvazové vrstvy přímo na kůži.	16
Obr. 4: Ochranná rouška z nanovláken.....	16
Obr. 5: Závislost filtrační efektivity na plošné hmotnosti testovaných vrstev.	18
Obr. 6: Závislost tlakového spádu na plošné hmotnosti testovaných vrstev.	18
Obr. 7: Uhlíkové nanotrubičky.	19
Obr. 8: Schéma principu elektrostatického zvlákňování – horizontální kapilára (jehla, stříkačka).....	20
Obr. 9: Taylorův kužel.....	21
Obr. 10: Vznik Taylorova kuželu na válcové elektrodě (hrotu).	22
Obr. 11: Zvlákňování z hrotu.....	22
Obr. 12: Schéma zařízení nanospider. (1) kovový válec, (2) polymerní roztok, (3) zásobník polymeru, (4) podkladová textilie, (5) Taylorovy kužely, (6) uzemněný kolektor, (7) odsávání výparů, (8) zdroj vysokého napětí.	23
Obr. 13: Závislost elektrického proudu procesu elektrostatického zvlákňování na elektrickém napětí.....	24
Obr. 14: Perličkový defekt.....	25
Obr. 15: Vliv vzrůstající vzdálenosti kapilára – kolektor 20 % Estane® 5750.....	26
Obr. 16: Trojrozměrný řez, dvojrozměrný řez.....	29
Obr. 17: Jednorozměrný řez, nulazoměrný řez.	29
Obr. 18: Stanovení charakteristiky vnitřní struktury objektu A vychází z rovnoměrně náhodných a izotropních řezů, které vidíme naznačeny v části (a) obrázku. Z těch se zhotovují mikrosnímky, část (b), na kterých měříme pomocí testovacích systémů	30
Obr. 19: síť úhlu se stejně dlouhými rameny, průsečíky sítě se zkoumaným objektem.	31
Obr. 20: Steinerův kompakť.....	32
Obr. 21: Odhad texturní funkce neboli směrové růžice $f(\beta)$	32
Obr. 22: Elektronový mikroskop.	34
Obr. 23: Omegaette HH311.	35
Obr. 24: Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z hrotu.	36
Obr. 25: Dávkovací zařízení.	37
Obr. 26: Zařízení pro elektrostatické zvlákňování z válce.	37

Obr. 27: klimatizační zařízení v poloprovozu NT.	38
Obr. 28: Anizotropie vláknenné vrstvy zvlákněné z válečku na černý papír při 20 [%] relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 55 [mm].	63
Obr. 29: Anizotropie vláknenné vrstvy zvlákněné z válečku na černý papír při 20 [%] relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 95 [mm].	63
Obr. 30: Anizotropie vláknenné vrstvy zvlákněné z válečku na spunbond při 30 [%] relativní vlhkosti ve vzdálenosti elektrod 55 [mm].	63
Obr. 31: Defekty ve vláknenné vrstvě. (a) smotek vláken, (b) svazky vláken.	65
Obr. 32: Nanovláknno v porovnání se svazkem nanovláken.....	65

SEZNAM GRAFŮ

Graf 1: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z hrotu na nosnou textilií spunbond.	44
Graf 2: Závislost průměru vláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z hrotu na černý papír.	45
Graf 3: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z jehly na nosnou textilií spunbond.....	47
Graf 4: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z jehly na černý papír.	48
Graf 5: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z válce na nosnou textilií spunbond.	50
Graf 6: Závislost průměru nanovláken na relativní vlhkosti při elektrostatickém zvlákňování z válce na černý papír.....	51
Graf 7: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na černý papír při 20% relativní vlhkosti v komoře. ...	53
Graf 8: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na spunbond při 20% relativní vlhkosti v komoře.....	54
Graf 9: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na černý papír při 30% relativní vlhkosti v komoře. ...	55
Graf 10: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na spunbond při 30% relativní vlhkosti v komoře.....	56
Graf 11: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na černý papír při 40% relativní vlhkosti v komoře. ...	57
Graf 12: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na spunbond při 40% relativní vlhkosti v komoře.....	58
Graf 13: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na černý papír při 50% relativní vlhkosti v komoře. ...	58
Graf 14: Závislost průměru vláken na vzdálenosti elektrod u vláken vyrobených elektrostatickým zvlákňováním na spunbond při 50% relativní vlhkosti v komoře.....	59

SEZNAM TABULEK

Tab. 1: Porovnání nanovláken s konvenčními vlákny.....	13
Tab. 2: Příklady velikostí biologických struktur.	17
Tab. 3: počáteční napětí pro různé vzdálenosti.....	40
Tab. 4: skutečná napětí při zvlákňování z hrotu na černý papír i nosnou textilií.	41
Tab. 5: skutečná napětí při zvlákňování z jehly na černý papír i nosnou textilií.....	41
Tab. 6: skutečná napětí při zvlákňování z válce na nosnou textilií spunbond.....	42
Tab. 7: skutečná napětí při zvlákňování z válce na černý papír.	43
Tab. 8: Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u zvlákňování z jehly na černý papír	61
Tab. 9: Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u zvlákňování z jehly na spunbond.....	61
Tab. 10: Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u zvlákňování z válce na černý papír.....	62
Tab. 11: Vliv stejné relativní vlhkosti na změnu anizotropie vláken při různé vzdálenosti elektrod u zvlákňování z válce na spunbond	62

SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1..... Tabulky naměřených průměrných hodnot průměrů nanovláken

Příloha 2..... Snímky z obrazové analýzy
Steinerovy kompakty a směrové růžice

PŘÍLOHY

PŘÍLOHA 1

NAMĚŘENÉ PRŮMĚRNÉ HODNOTY PRŮMĚRŮ NANOVLÁKEN

Hrot – spunbond [nm]				Hrot – papír [nm]			
RH [%]	95 [mm]	75 [mm]	55 [mm]	RH [%]	95 [mm]	75 [mm]	55 [mm]
50	448,14	454,88	463,34	50	464,91	388,35	319,76
40	302,41	280,14	441,9	40	413,46	278,91	340,94
30	247,13	229,26	286,02	30	202,93	271,29	227,83
20	228,83	245,91	208,49	20	250,58	200,22	210,29

Tab. 1: Průměrné hodnoty průměrů nanovláken zvlákněných z hrotu na papír a spunbond.

Jehla – spunbond [nm]				Jehla – papír [nm]			
RH [%]	95 [mm]	75 [mm]	55 [mm]	RH [%]	95 [mm]	75 [mm]	55 [mm]
50	255,09	214,12	258,443	50	217,29	191,86	204,76
40	214,75	198,21	193,07	40	182,76	185,81	231,98
30	195,25	190,68	232,92	30	199,08	178,62	225,19
20	194,62	153,52	170,92	20	124,87	169,02	196,02

Tab. 2: Průměrné hodnoty průměrů nanovláken zvlákněných z jehly na papír a spunbond.

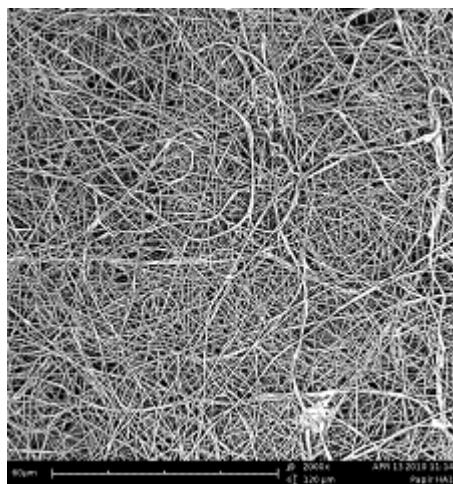
Válec – spunbond [nm]				Válec – papír [nm]			
RH [%]	95 [mm]	75 [mm]	55 [mm]	RH [%]	95 [mm]	75 [mm]	55 [mm]
50	344,40	363,18	385,86	50	287,17	275,46	254,89
40	389,98	349,29	xxx	40	333,57	258,85	256,40
30	221,56	232,23	194,32	30	274,08	365,89	269,57
20	129,10	xxx	xxx	20	134,08	150,53	169,98

Tab. 3: Průměrné hodnoty průměrů nanovláken zvlákněných z válečku na papír a spunbond.

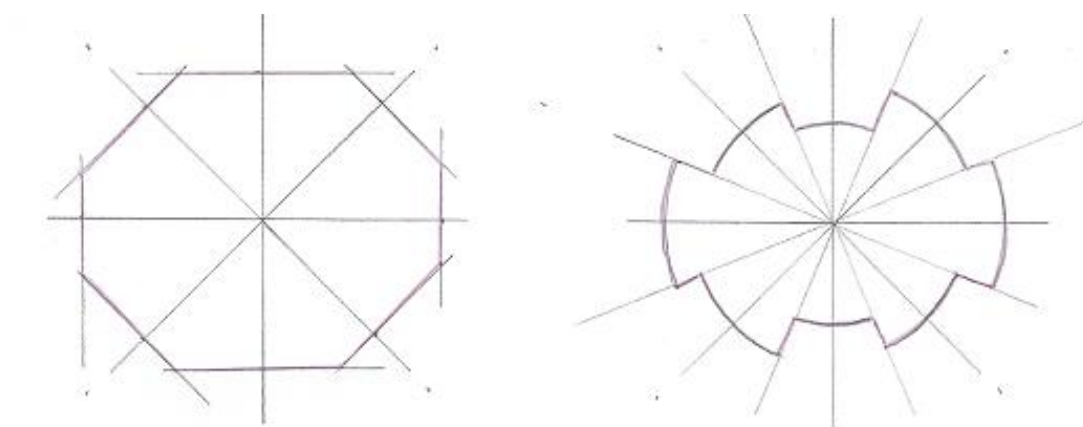
PŘÍLOHA 2

ANIZOTROPIE NANOVLÁKENNÝCH VRSTEV

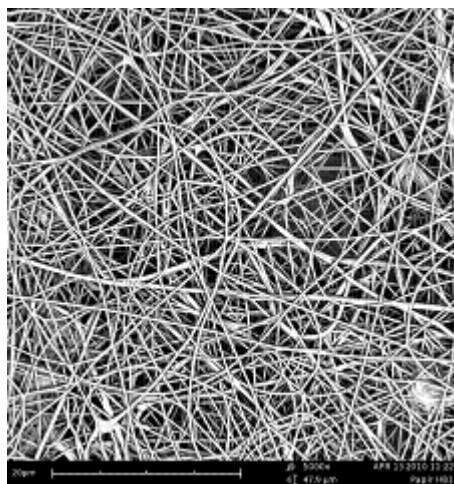
Anizotropie nanovláknenné vrstvy zvlákněné z jehly na černý papír



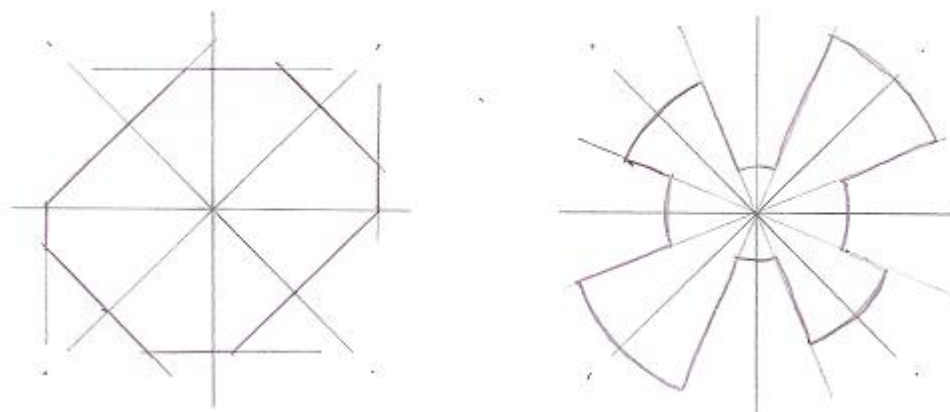
Obr. 1: Snímek pořízený při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



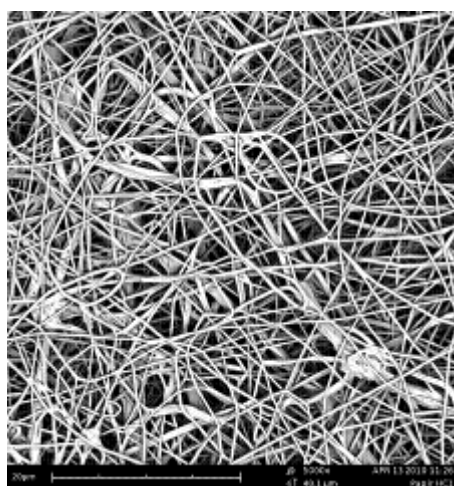
Obr. 2: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 1.



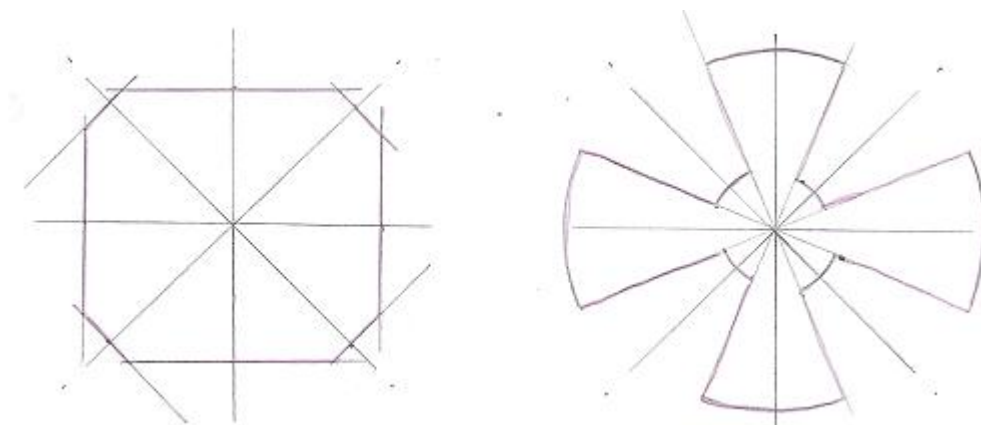
Obr. 3: Snímek pořízený při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



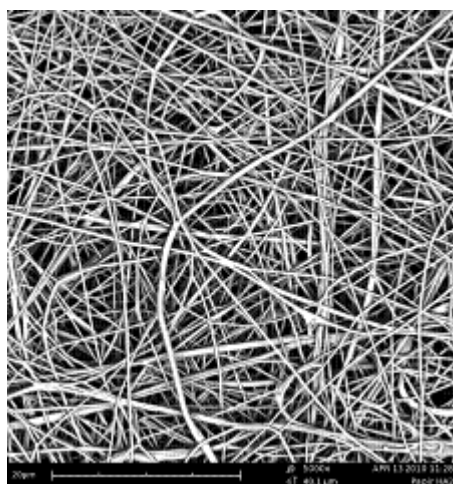
Obr. 4: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 3.



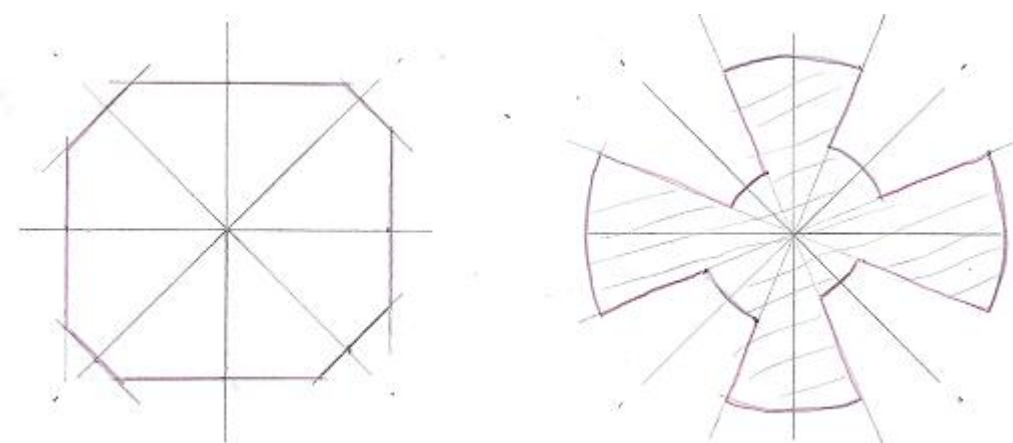
Obr. 5: Snímek pořízený při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



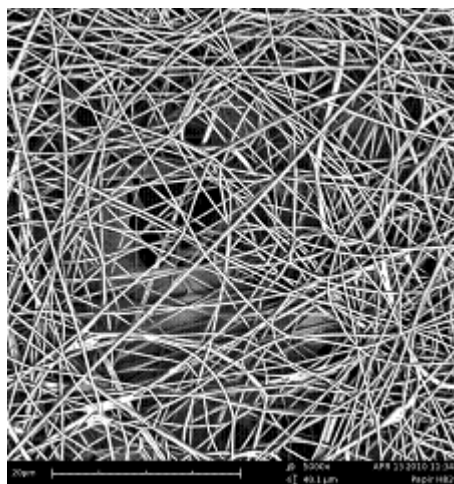
Obr. 6: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 5.



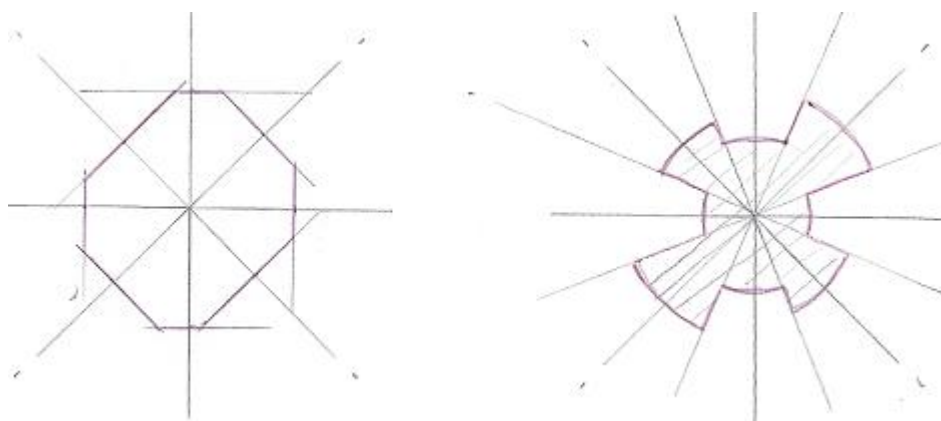
Obr. 7: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



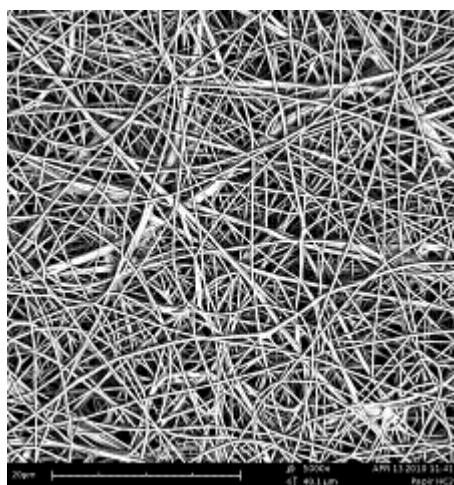
Obr. 8: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 7.



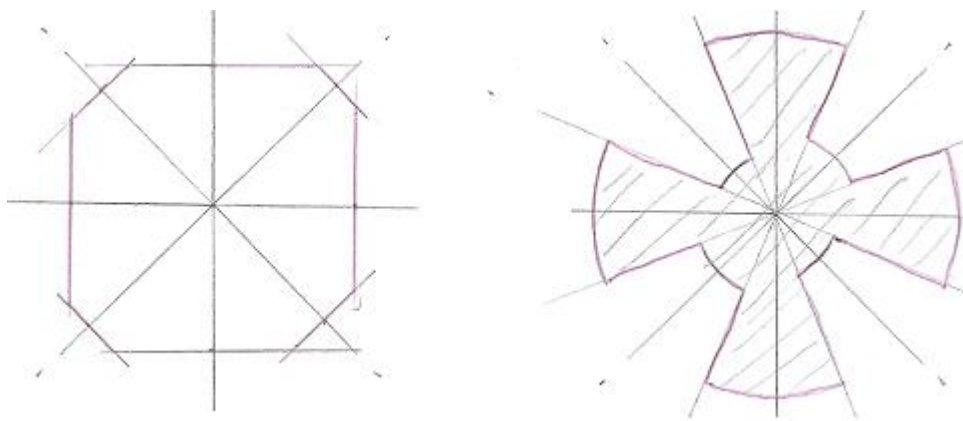
Obr. 9: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



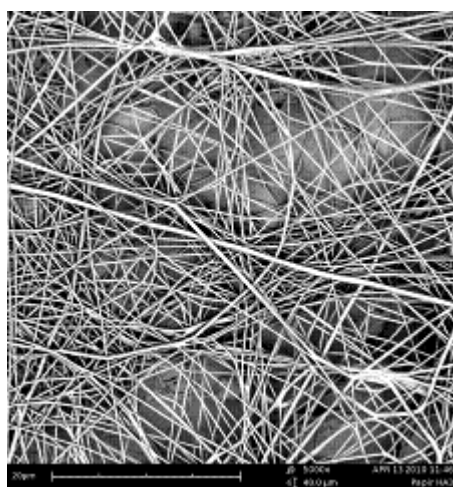
Obr. 10: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 9.



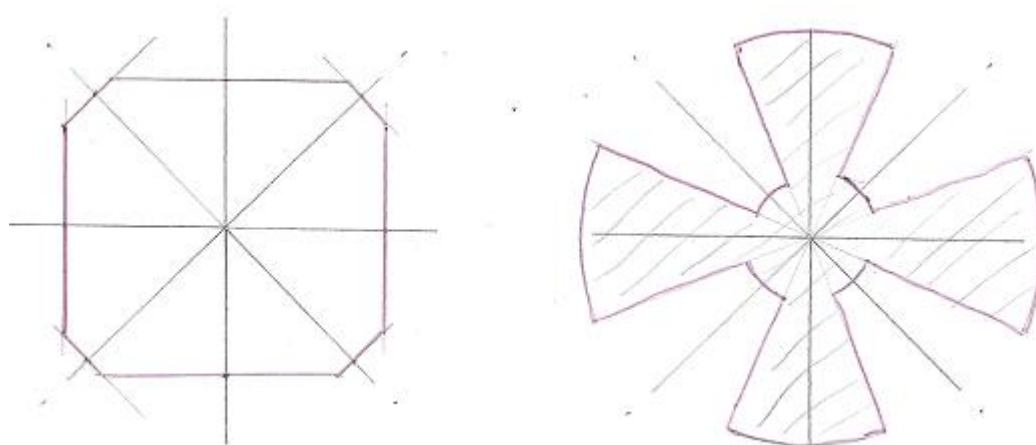
Obr. 11: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



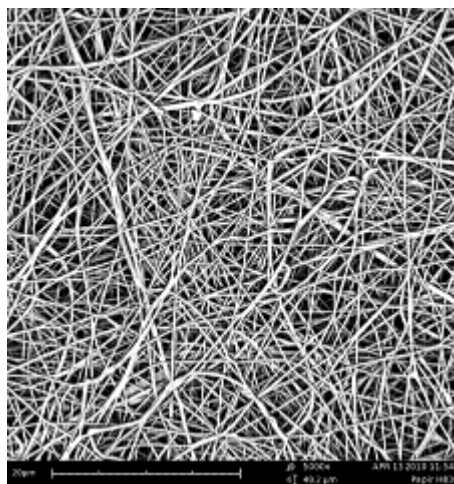
Obr. 12: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 11.



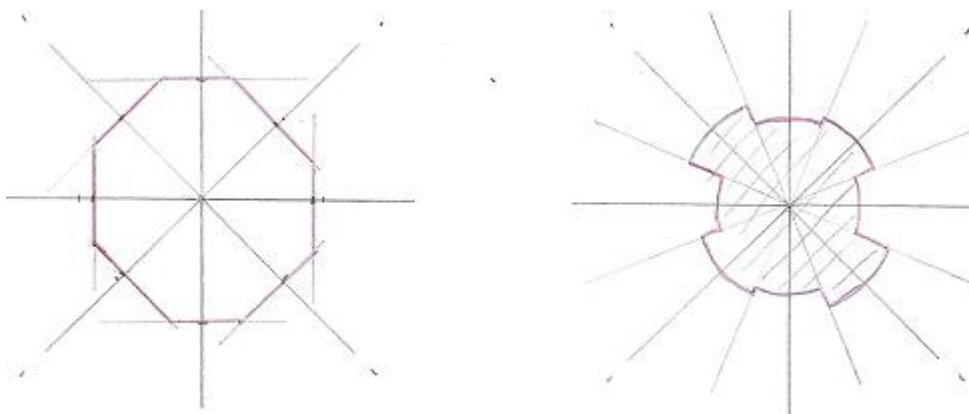
Obr. 13: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



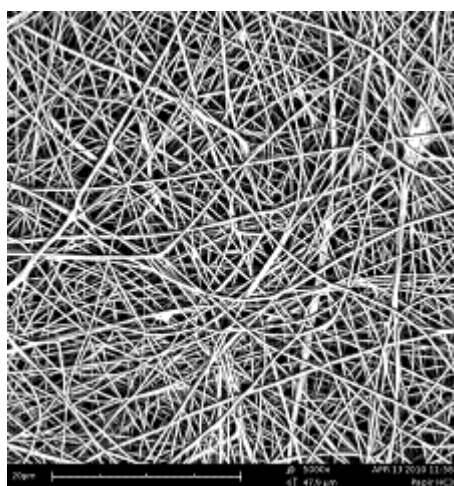
Obr. 14: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 13.



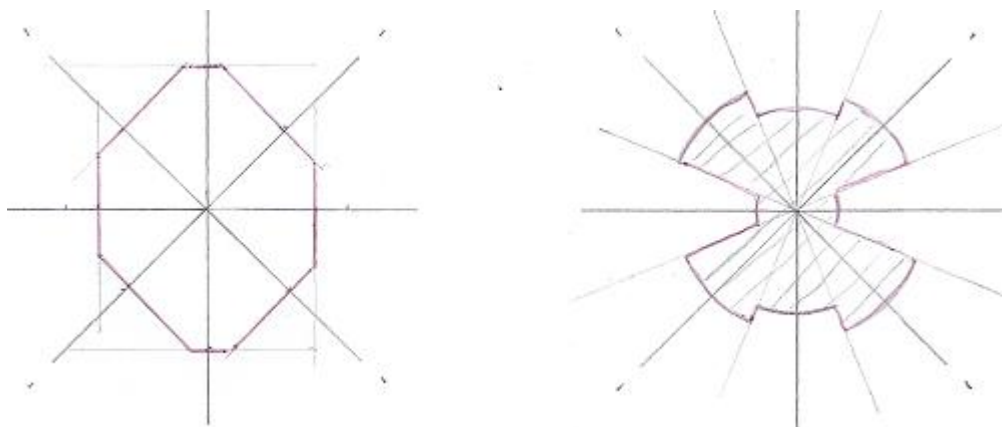
Obr. 15: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



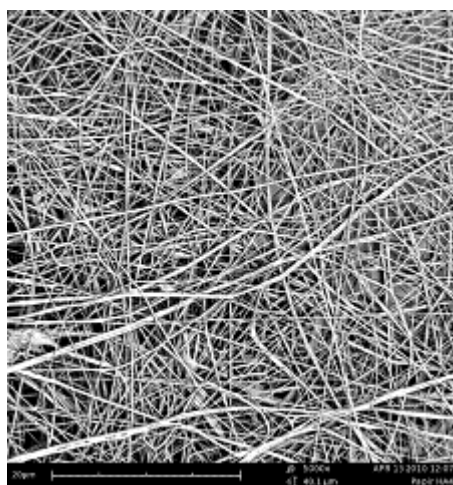
Obr. 16: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 15.



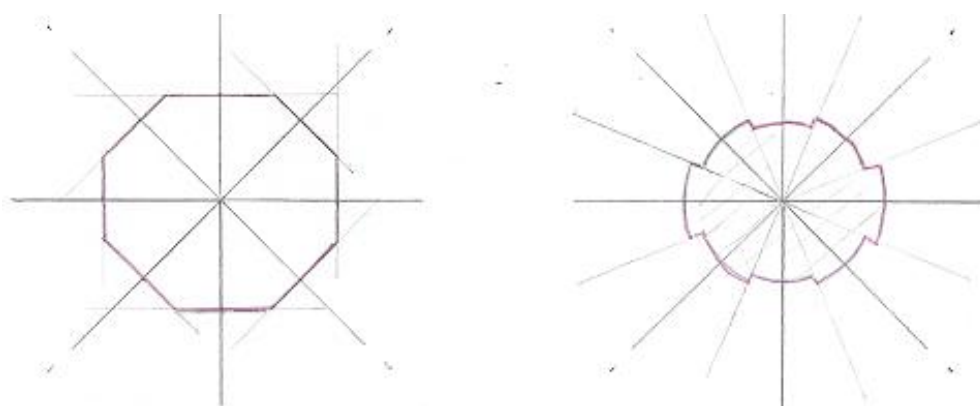
Obr. 17: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



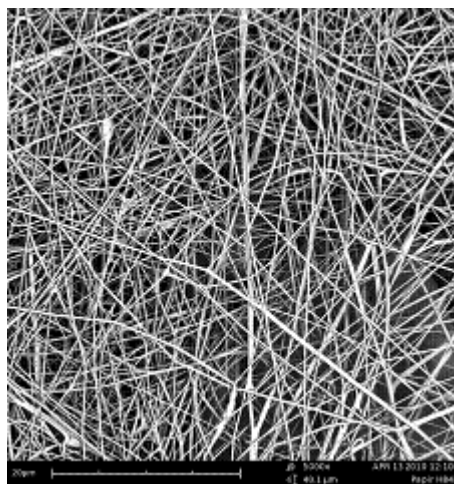
Obr. 18: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 17.



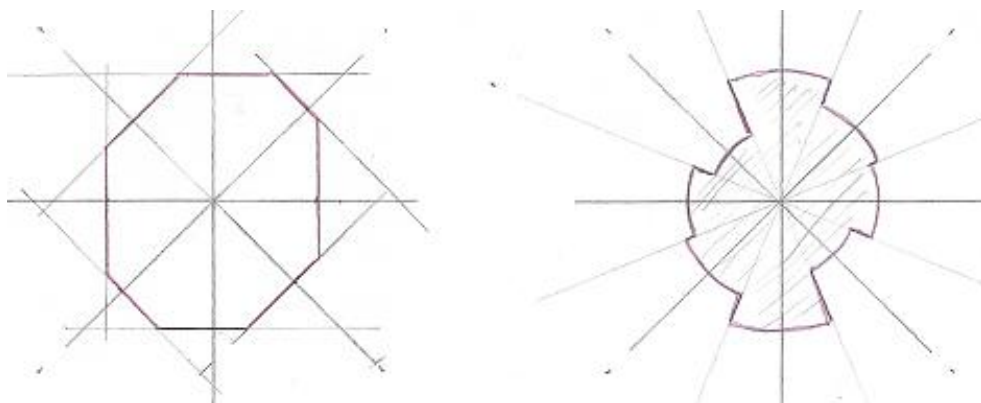
Obr. 19: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



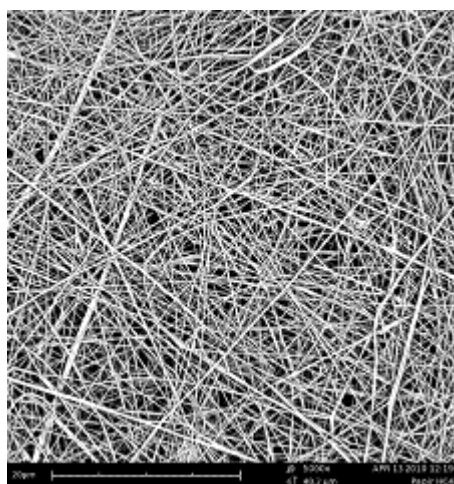
Obr. 20: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 19.



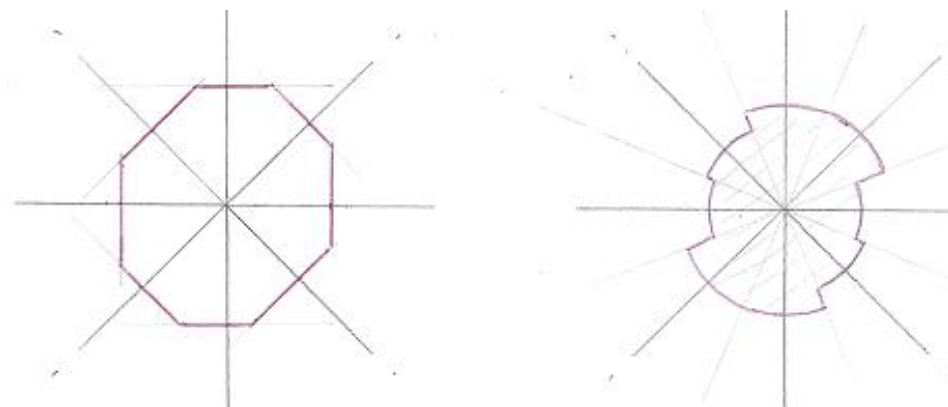
Obr. 21: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



Obr. 22: Steinerův kompak a směrová růžice snímku na obrázku 21.

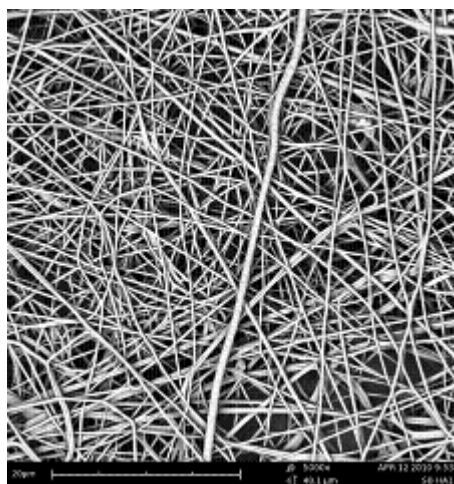


Obr. 23: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.

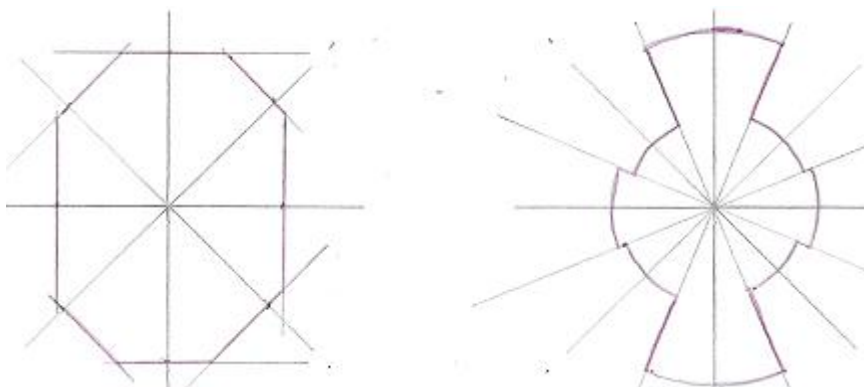


Obr. 24: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 23.

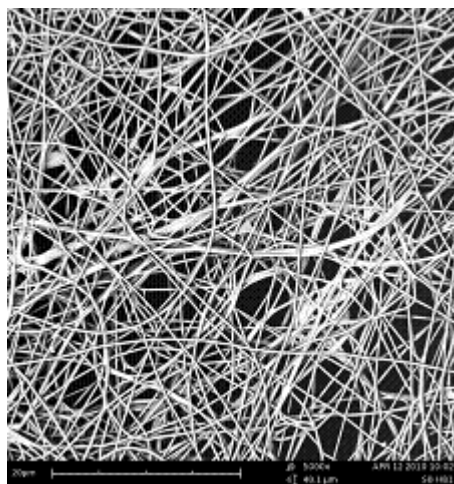
Anizotropie nanovláknenné vrstvy zvlákněné z jehly na nosnou textílii spunbond



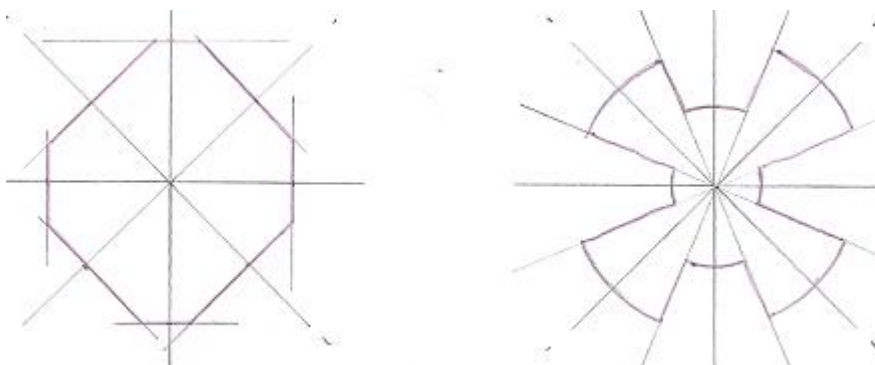
Obr. 25: Snímek pořízený při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



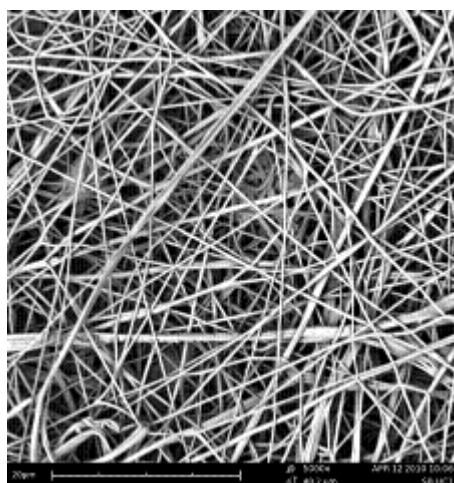
Obr. 26: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 25.



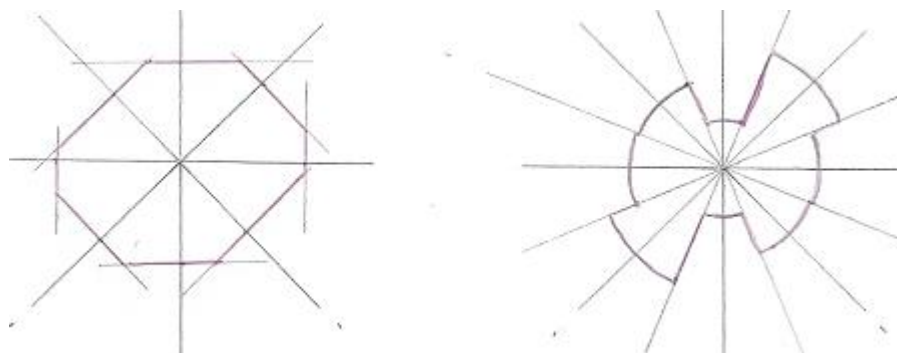
Obr. 27: Snímek pořízený při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



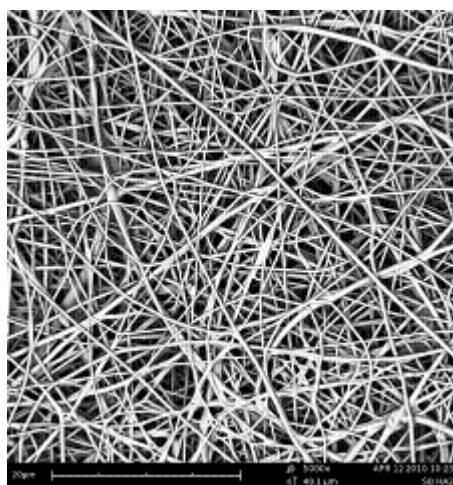
Obr. 28: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 27.



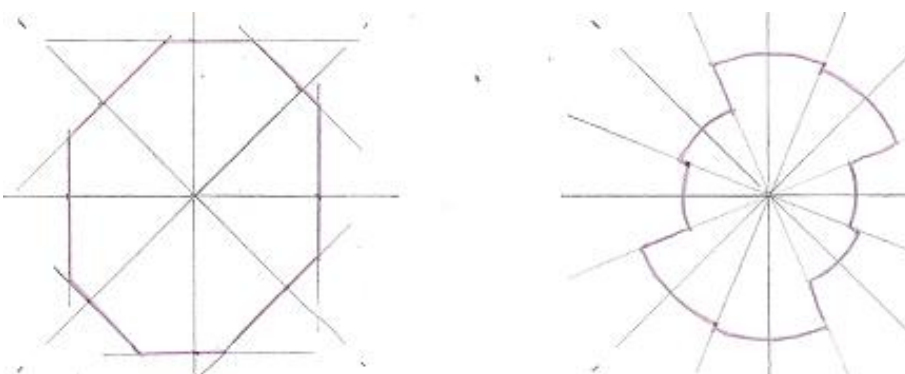
Obr. 29: Snímek pořízený při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



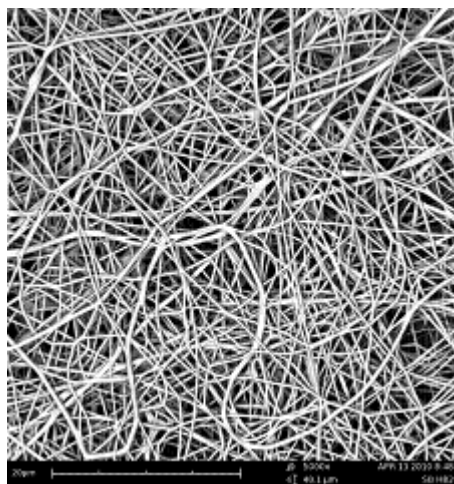
Obr. 30: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 29.



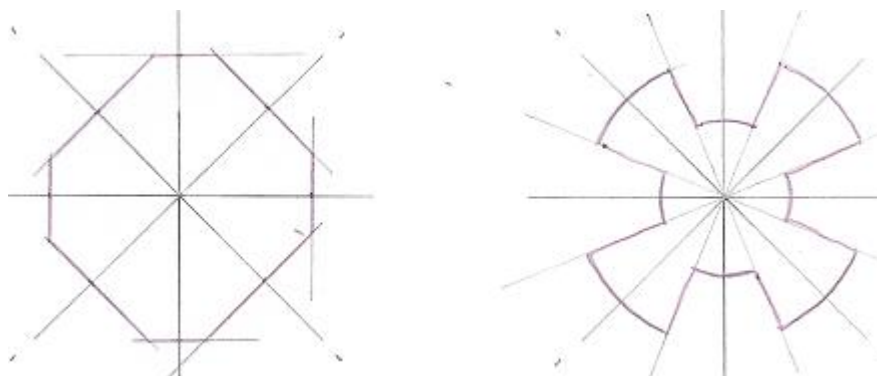
Obr. 31: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



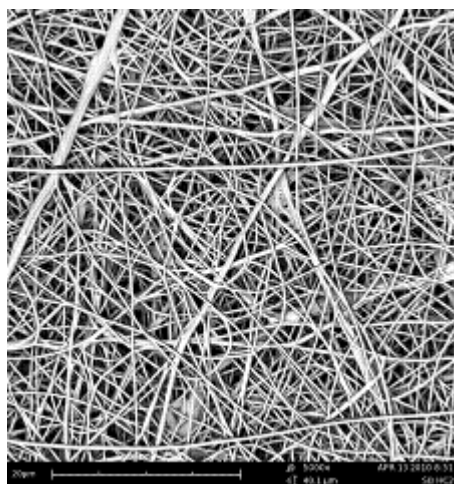
Obr. 32: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 31.



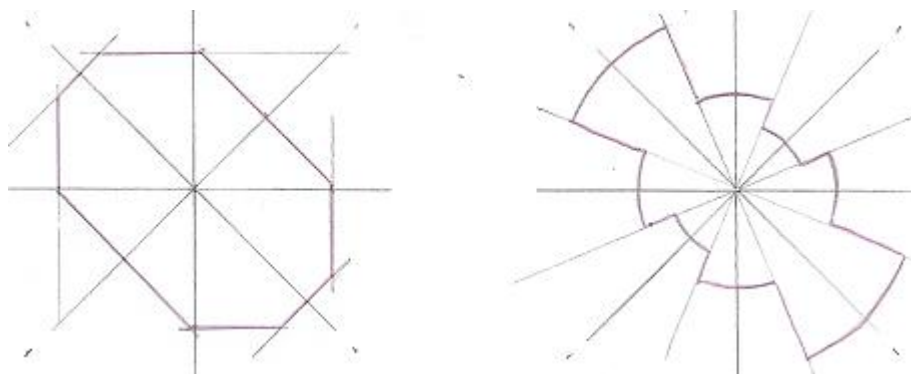
Obr. 33: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



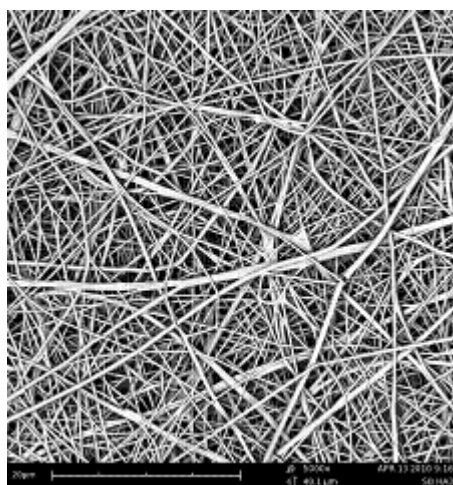
Obr. 34: Steinerův kompak a směrová růžice snímku na obrázku 33.



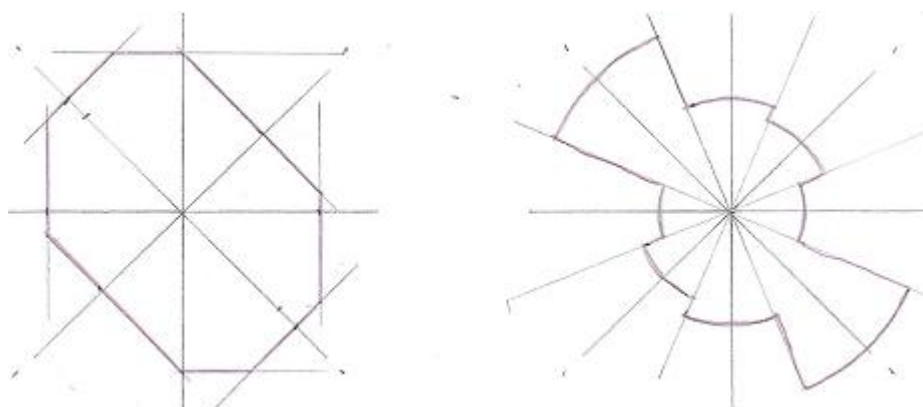
Obr. 35: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



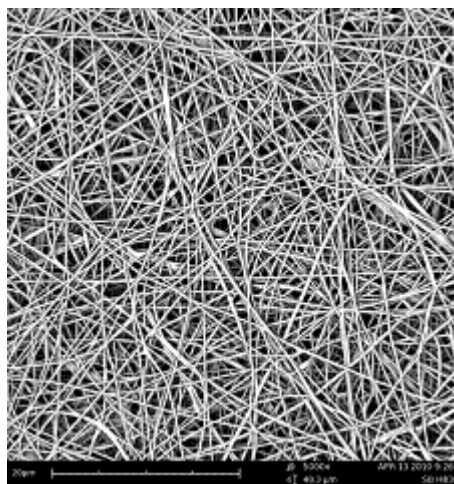
Obr. 36: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 35.



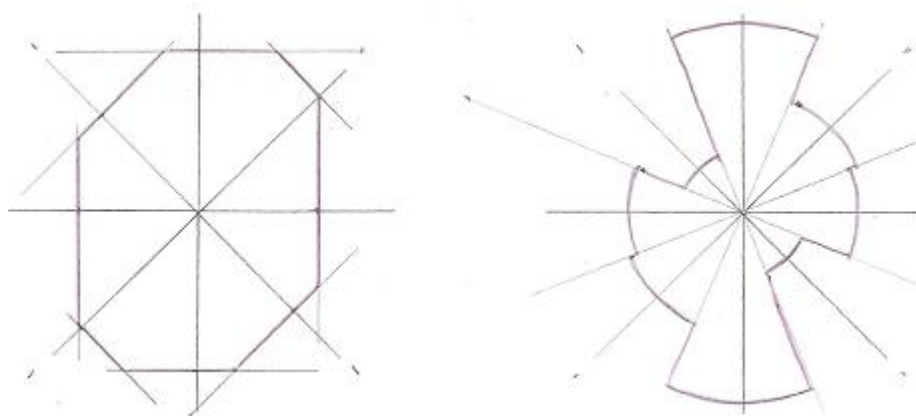
Obr. 37: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



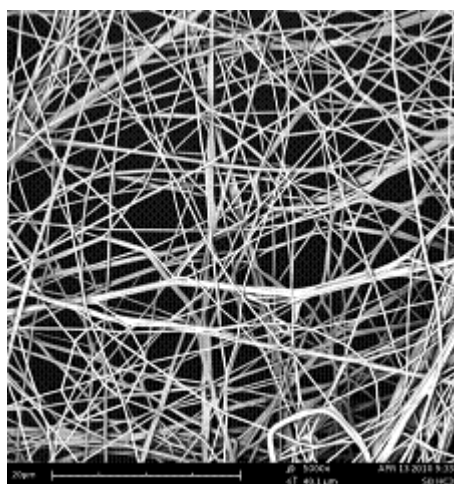
Obr. 38: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 37.



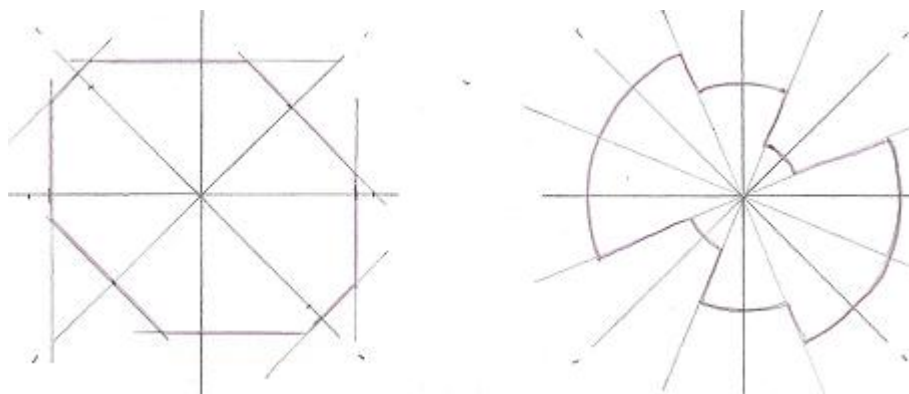
Obr. 39: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



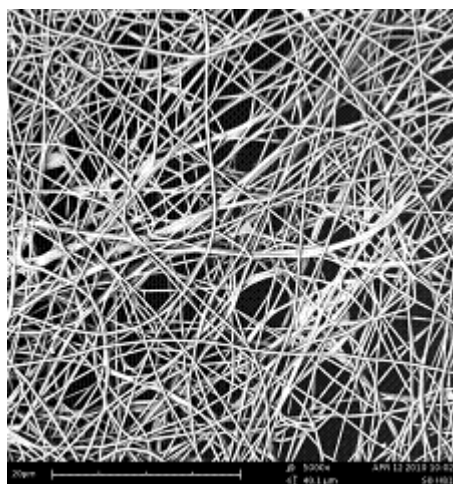
Obr. 40: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 39.



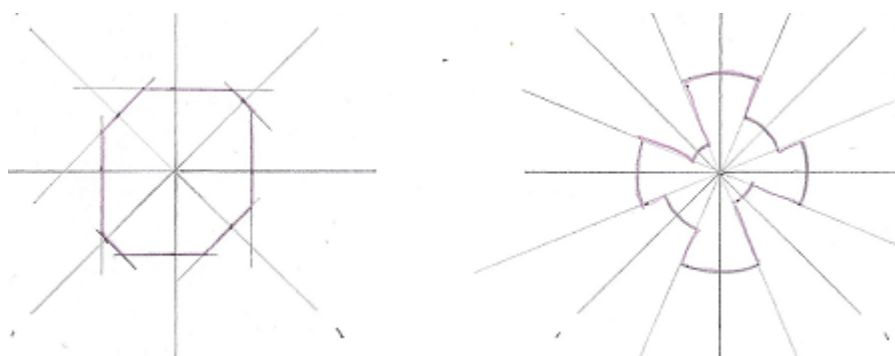
Obr. 41: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



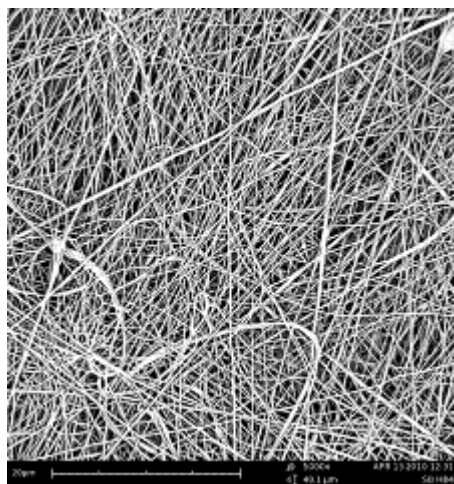
Obr. 42: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 41.



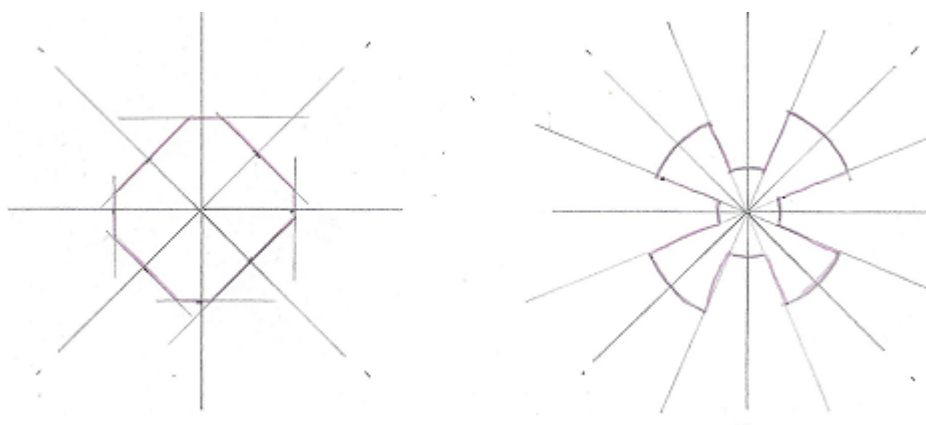
Obr. 43: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



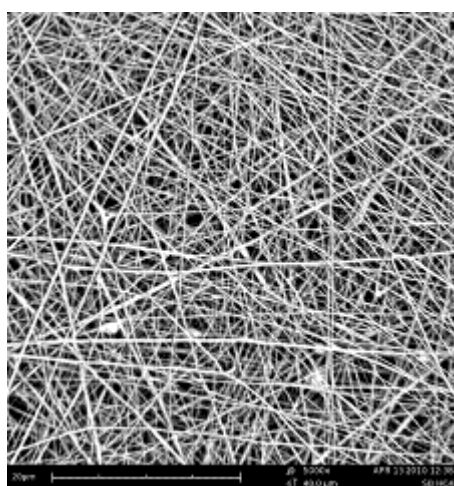
Obr. 44: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 43.



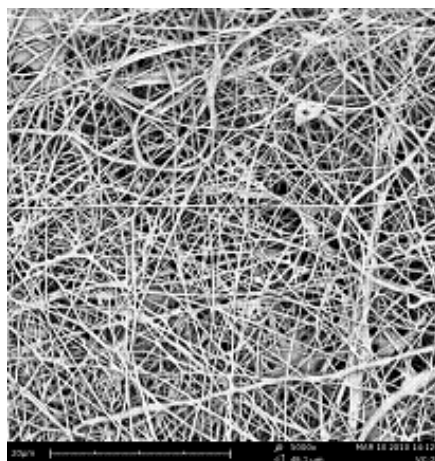
Obr. 45: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



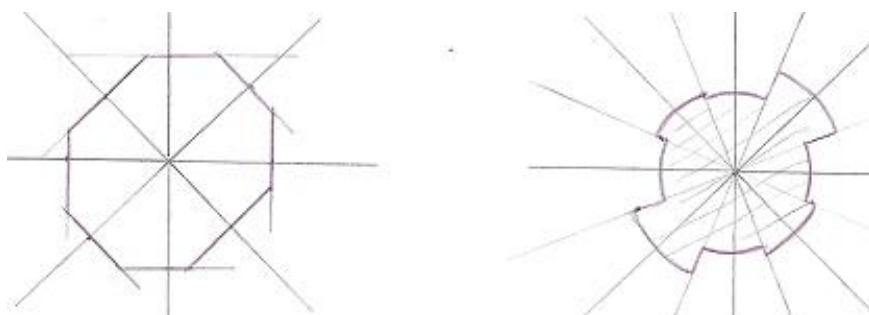
Obr. 46: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 45.



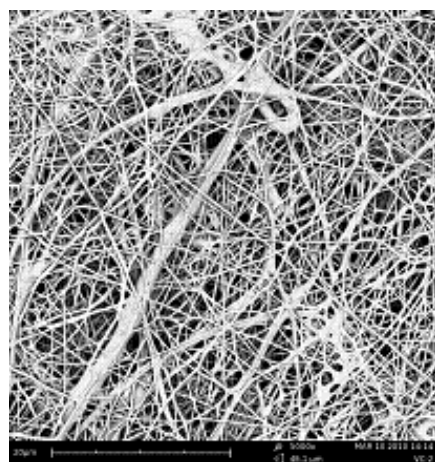
Obr. 47: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



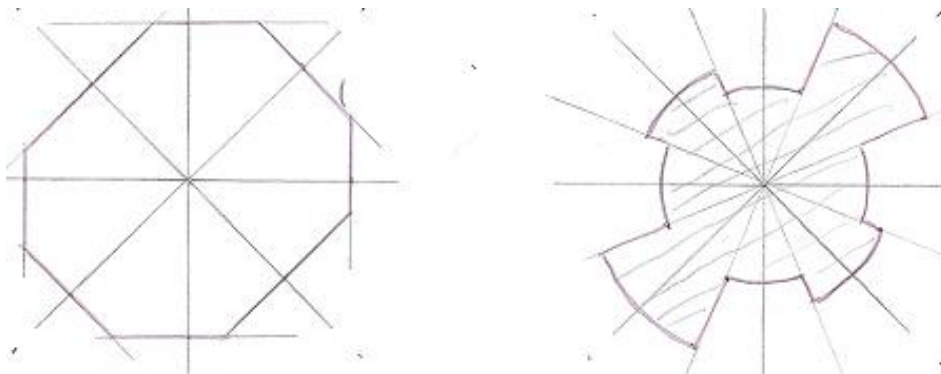
Obr. 51: Snímek pořízený při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



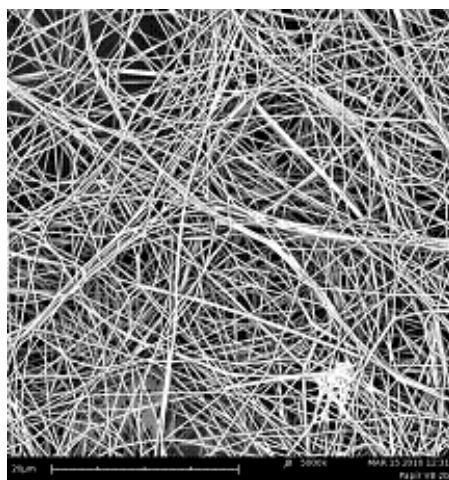
Obr. 52: Steinerův kompakť a směrová růžice snímku na obrázku 51.



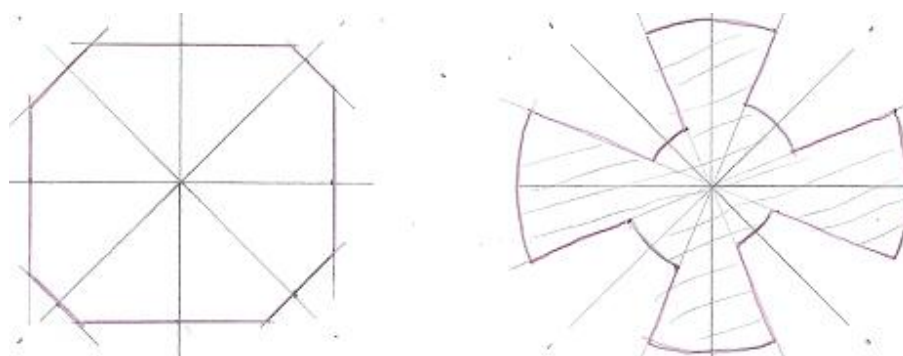
Obr. 53: Snímek pořízený při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



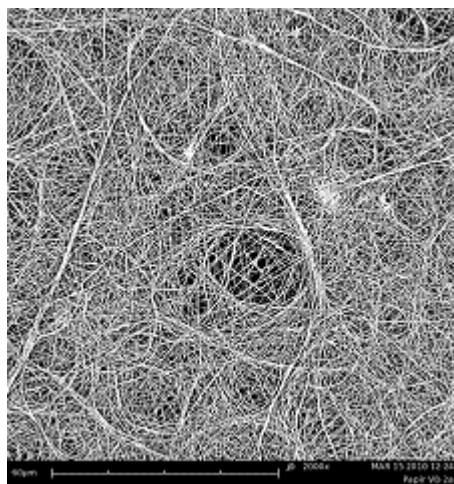
Obr. 54: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 53.



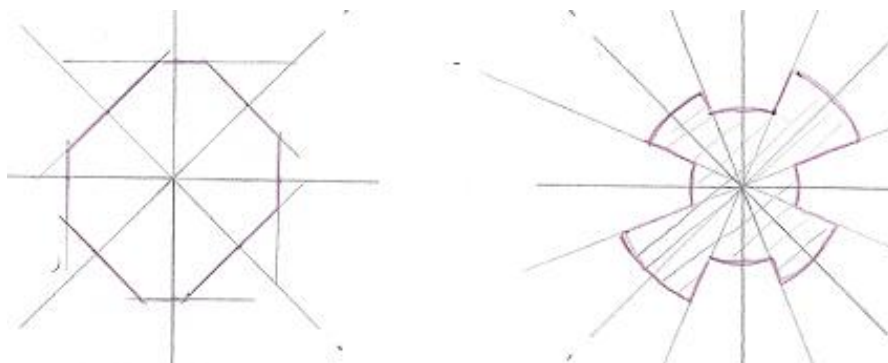
Obr. 55: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



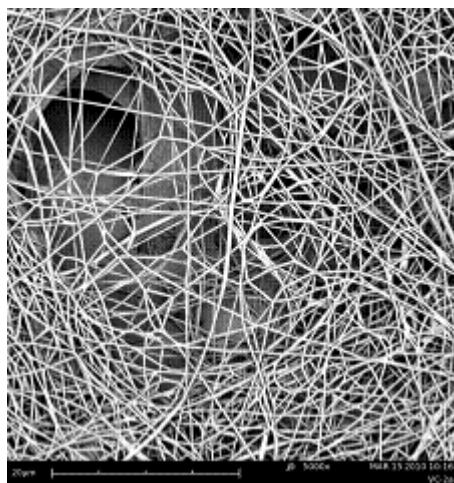
Obr. 56: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 55.



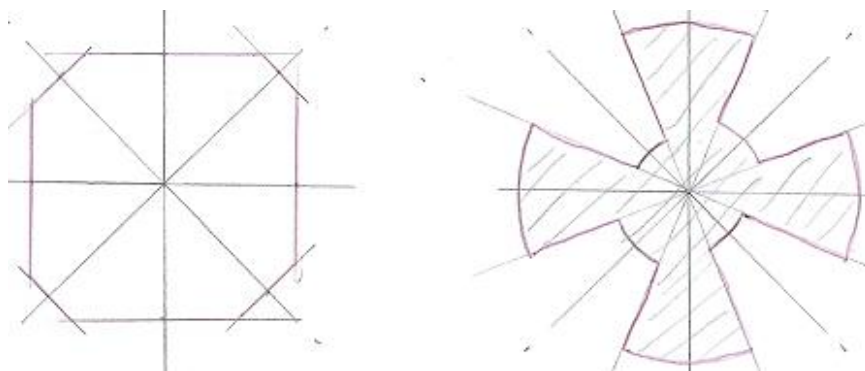
Obr. 57: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



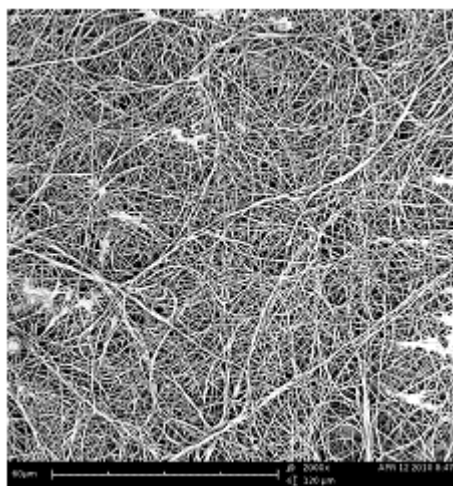
Obr. 58: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 57



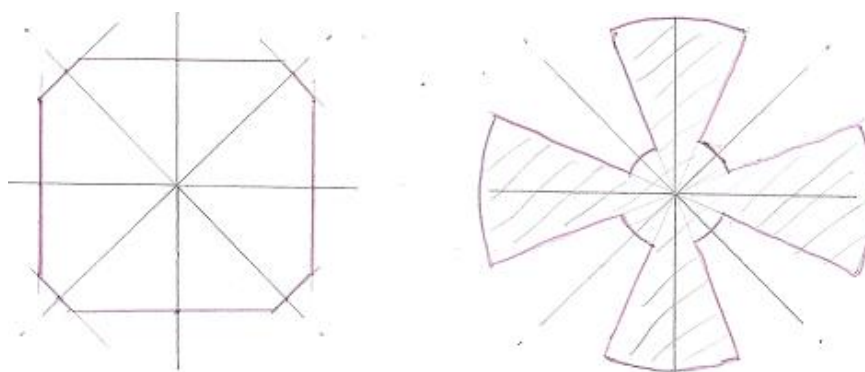
. Obr. 59: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



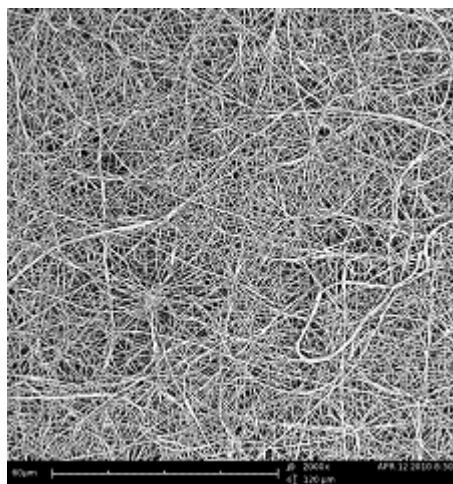
Obr. 60: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 59.



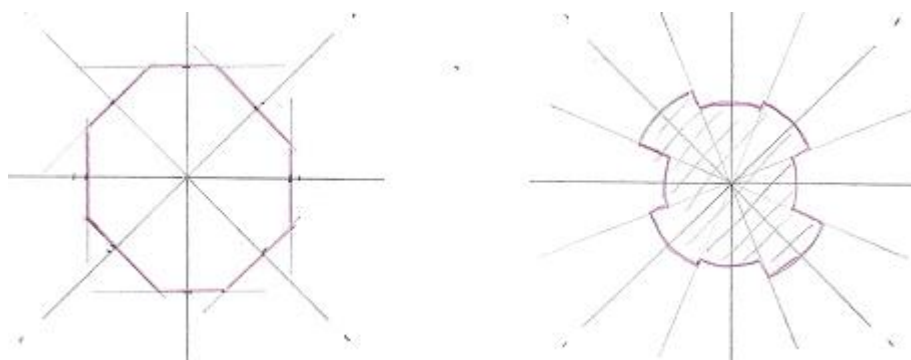
Obr. 61: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



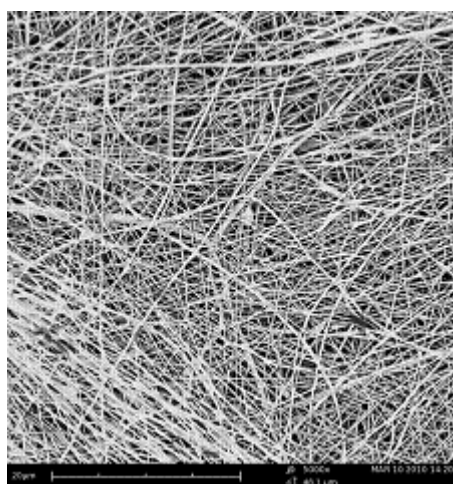
Obr. 62: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 61.



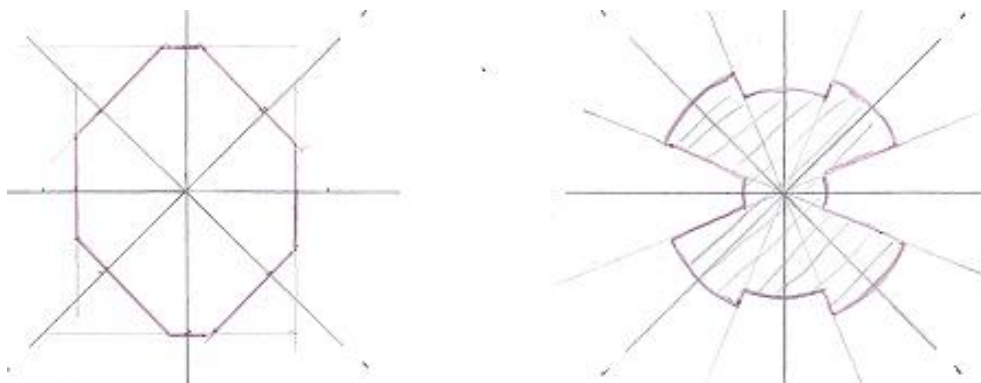
Obr. 63: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



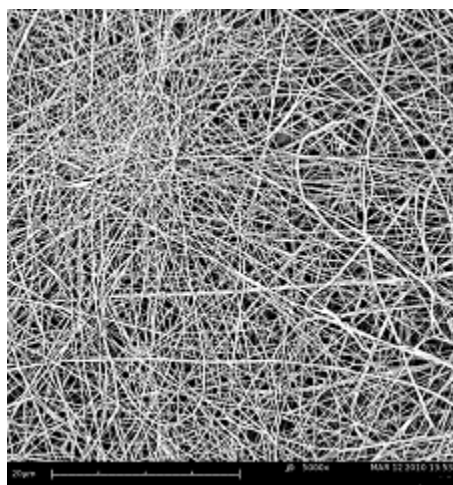
Obr. 64: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 63.



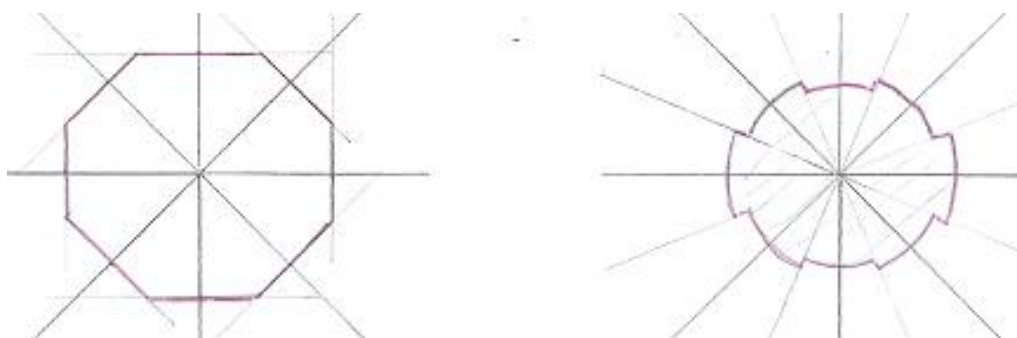
Obr. 65: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



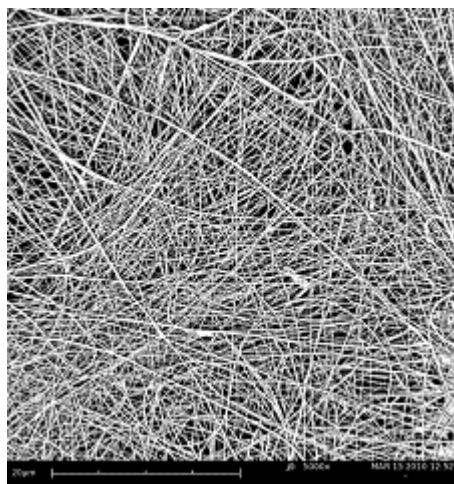
Obr. 66: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 65.



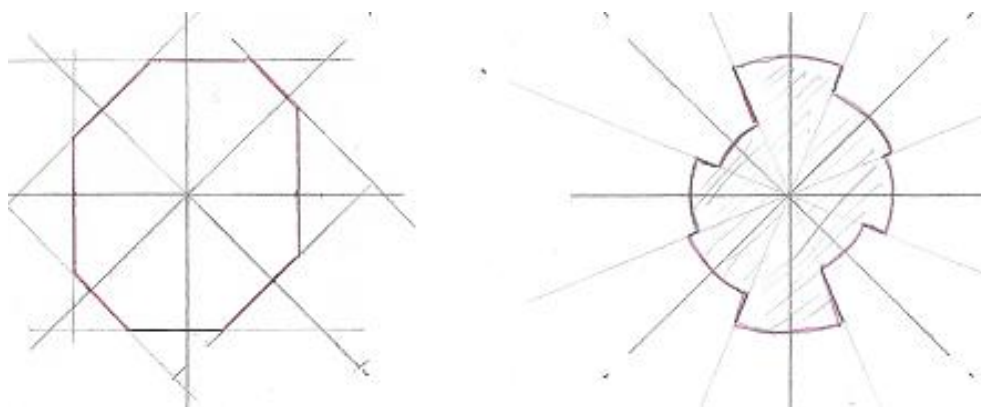
Obr. 67: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



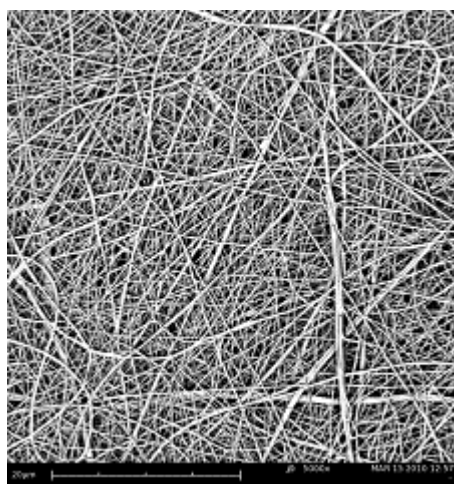
Obr. 68: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 67.



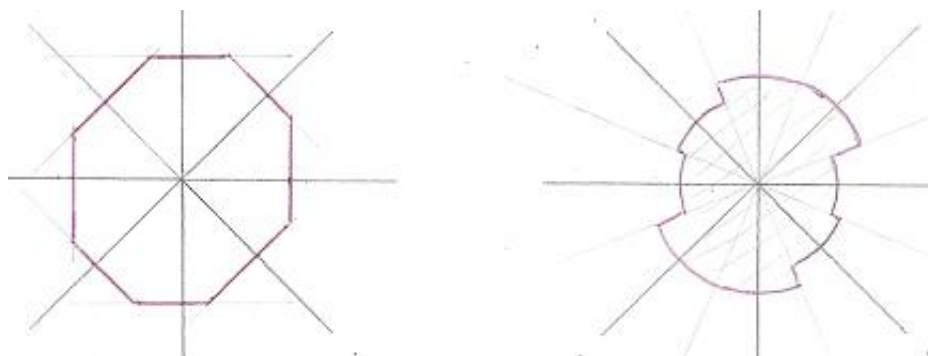
Obr. 69: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



Obr. 70: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 69.

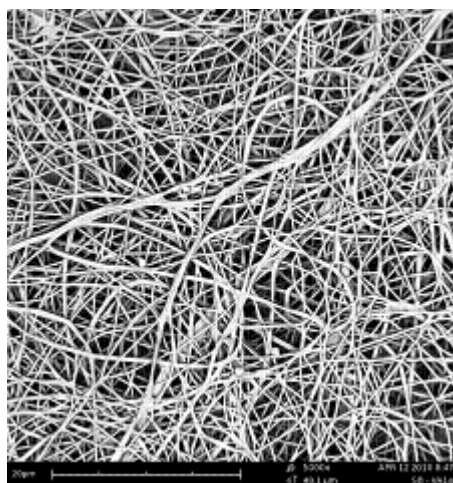


Obr. 71: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.

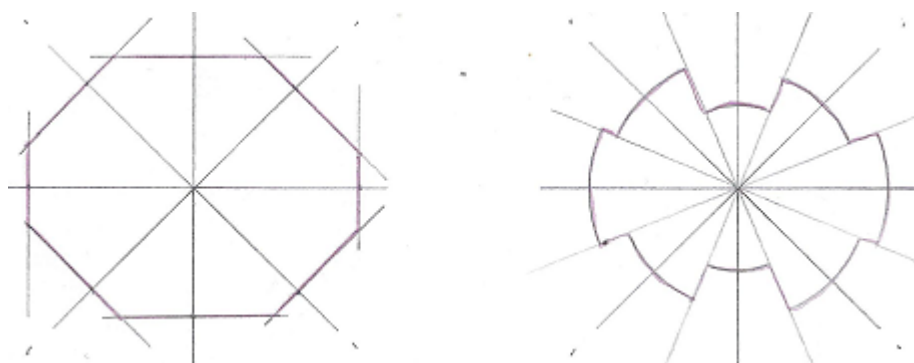


Obr. 72: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 71.

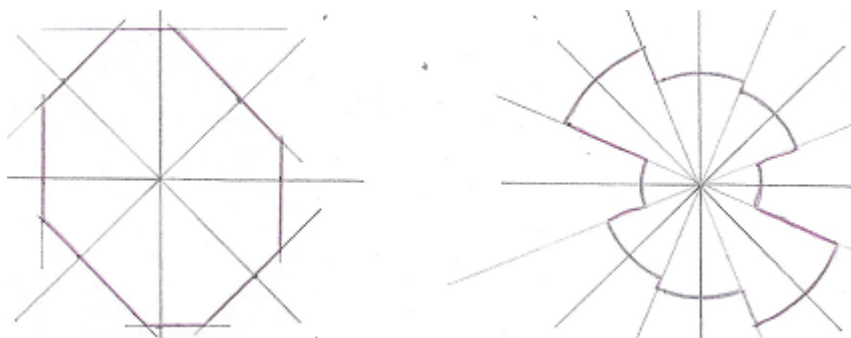
Anizotropie nanovláknenné vrstvy zvlákněné z válce na nosnou textilií spunbond



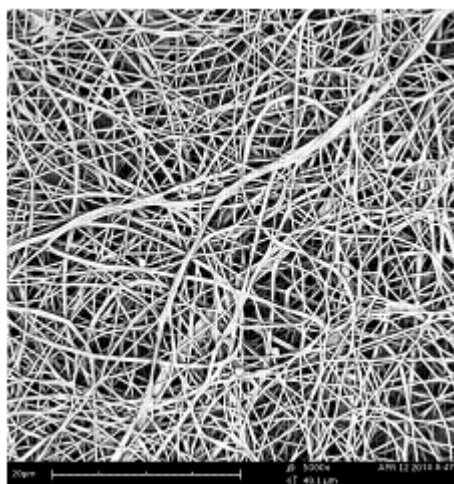
Obr. 73: Snímek pořízený při 50% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



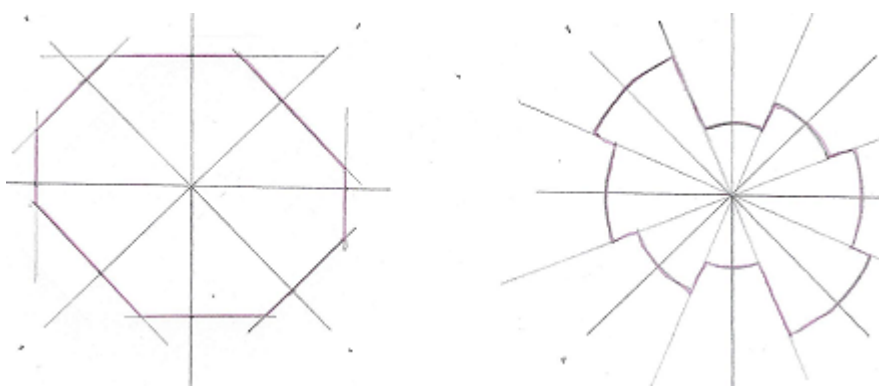
Obr. 74: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 73.



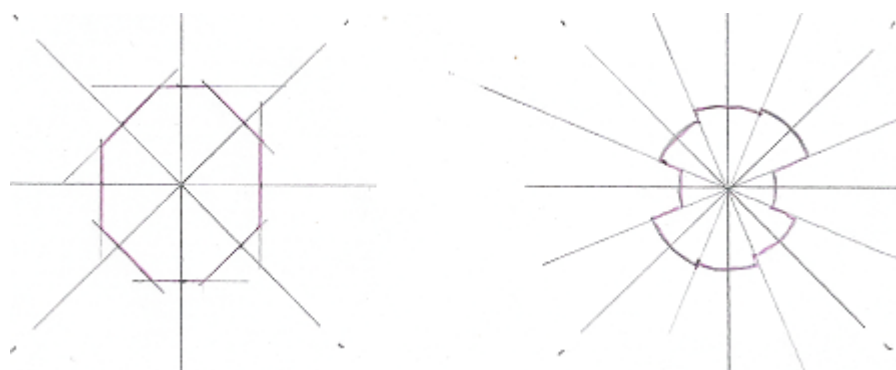
Obr. 78: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 77.



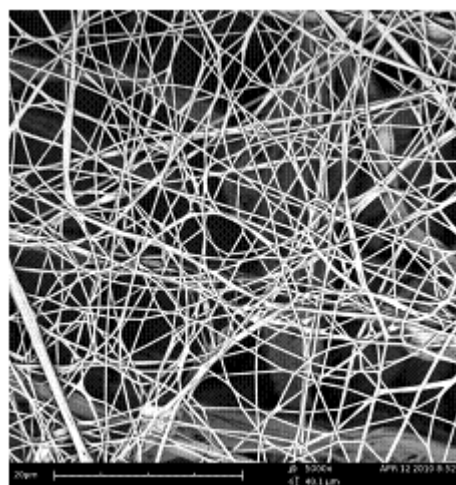
Obr. 79: Snímek pořízený při 40% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



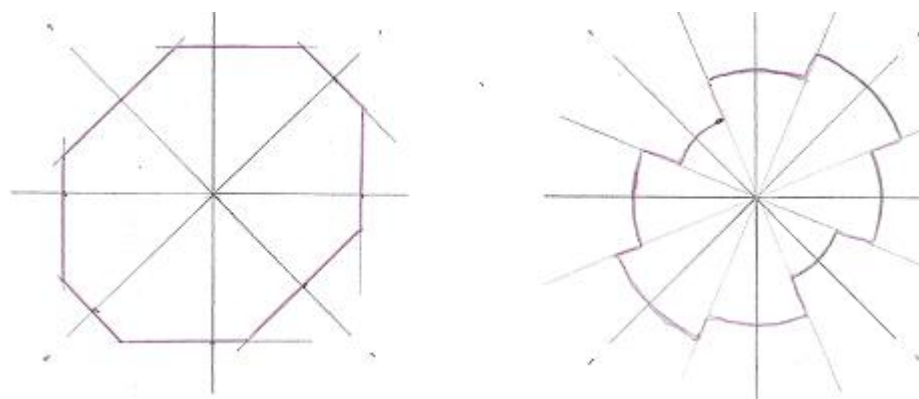
Obr. 80: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 79.



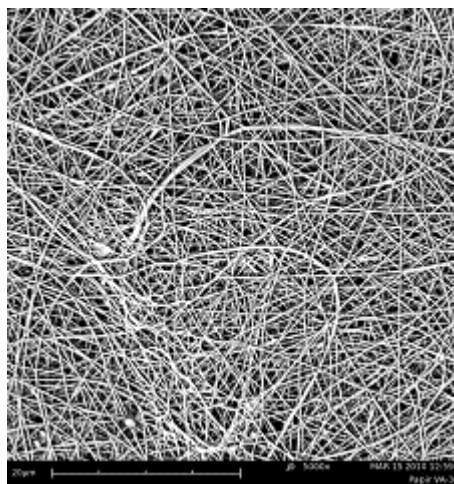
Obr. 84: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 83.



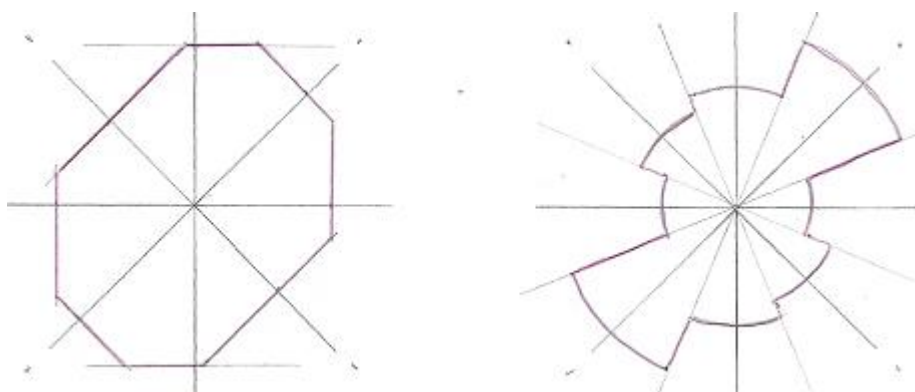
Obr. 85: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 75 mm.



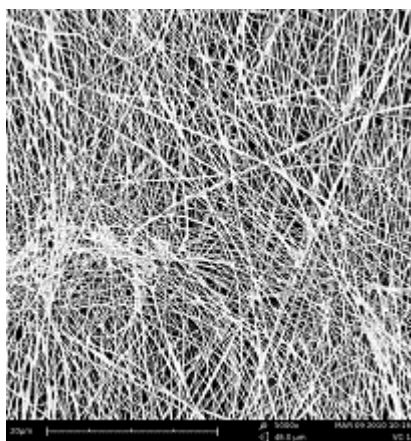
Obr. 86: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 85.



Obr. 87: Snímek pořízený při 30% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 55 mm.



Obr. 88: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 87.



Obr. 89: Snímek pořízený při 20% relativní vlhkosti v komoře ve vzdálenosti elektrod 95 mm.



Obr. 90: Steinerův kompakt a směrová růžice snímku na obrázku 89.